VISIT…

МИНИСТЕРСТВО ОБОРОНЫ СССР

# РУКОВОДСТВО

## ПО РАБОТЕ В АВТОМОБИЛЬНОЙ РАДИОМЕТРИЧЕСКОЙ И ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ АЛ-4М

МИНИСТЕРСТВО ОБОРОНЫ СССР

УПРАВЛЕНИЕ НАЧАЛЬНИКА ХИМИЧЕСКИХ ВОЙСК

# РУКОВОДСТВО

## ПО РАБОТЕ В АВТОМОБИЛЬНОЙ РАДИОМЕТРИЧЕСКОЙ И ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ АЛ-4М

МОСКВА
ВОЕННОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО
1988

Настоящее Руководство предназначено для расчета автолаборатории АЛ-4М при проведении работ по радиометрическому и химическому анализу различных проб.

В Руководстве излагаются способы отбора различных проб, порядок их обследований в автолаборатории, методики определения зараженности проб продуктами ядерного взрыва, отравляющими веществами, а также методики контроля дезактивирующих, дегазирующих, дезинфицирующих, дымообразующих веществ (растворов) и зажигательных веществ и огнесмесей.

## Глава 1

# НАЗНАЧЕНИЕ И ЗАДАЧИ АВТОМОБИЛЬНОЙ РАДИОМЕТРИЧЕСКОЙ И ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ АЛ-4М

Автомобильная радиометрическая и химическая лаборатория АЛ-4М предназначена для оснащения частей и подразделений химических войск и медицинской службы.

Комплект лабораторного оборудования, реактивов и другого имущества обеспечивает:

определение зараженности воды, продовольствия, фуража и медицинского имущества продуктами ядерного взрыва;

качественное и количественное определение отравляющих веществ (ОВ) в пробах воды, продовольствия, фуража, воздуха, грунта, растительности, в вещевом имуществе и снаряжении, на поверхностях вооружения, военной техники и медицинского имущества;

физико-химическое обследование проб ОВ, взятых из различных оболочек (снаряды, авиабомбы и др.);

качественное определение ядовитых веществ в воде (алкалоиды, соли тяжелых металлов) и продовольствии (алкалоиды);

выборочный контроль полноты дегазации обмундирования, снаряжения, вооружения, военной техники и медицинского имущества;

исследование трофейных и выборочный контроль пригодности табельных дезактивирующих, дезинфицирующих и дымообразующих веществ (растворов), а также зажигательных смесей.

В качестве проб и образцов, доставляемых в лабораторию для обследования, могут быть:

пробы ОВ, взятые из различных оболочек (снаряды, авиабомбы и др.) и с различных поверхностей (краткие физико-химические характеристики ОВ и их токсические свойства приведены в приложениях 1 и 2);

осколки от разорвавшихся химических оболочек (снаряды, авиабомбы и др.) с остатками ОВ;

несгоревшие или полусгоревшие шашки ядовитых и нейтральных дымов;

пробы пищевых продуктов, фуража, воды, зараженные радиоактивными веществами (РВ);

пробы почвы, грунта, воды, снега, растительности, пищевых продуктов и фуража, а также предметы обмундирования, снаряжения и другие материалы, зараженные или подозреваемые на заражение ОВ;

пробы ОВ, взятые из воздуха на противодымные фильтры, в трубку с активным сорбентом, в вакуум-склянки и в поглотительные склянки с растворителем;

стружки с деревянных и слои краски с металлических изделий, вооружения и военной техники, зараженных ОВ;

ватные, марлевые и бумажные тампоны, использованные для снятия капель ОВ с вооружения и военной техники;

дегазирующие, дымообразующие, зажигательные, взрывчатые вещества и зажигательные смеси.

Каждая проба, образец или другой предмет, доставленные в лабораторию на обследование, регистрируются в регистрационной карточке проб (приложение 3, форма 3), в которую вносятся зараженные пробы; кроме того, составляются регистрационные карточки и журналы регистрации анализов (приложение 3, формы 2, 4), в которых фиксируются данные обработки пробы и результаты анализов.

В донесении, приложенном к пробе, должны быть четко изложены: вид, время и место взятия пробы, обстоятельства или причины взятия пробы, звание и фамилия взявшего пробу.

Исследованию на альфа-зараженность подвергаются не менее 10% проб (по выбору) от всех доставленных проб пищевых продуктов, фуража и воды.

## Глава 2

# ПРАВИЛА ОТБОРА ПРОБ

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Измеритель мощности дозы ДП-5В | Подготовительное отделение (П. о.), ящ. 82, яч. 5 |
| Прибор химической разведки ПХР-МВ (МПХР) | П. о., на левом борту кузова; Аналитическое отделение (А. о.), на боковой стенке стола |
| Заборник проб | П. о., ящ. 82, яч. 6—8 |
| Колбы конические с пробкой вместимостью 100 мл | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| То же 250 мл | А. о., ящ. 15, яч. 10—12 |
| Воронка делительная вместимостью 500 мл | А. о., ящ. 25, яч. 1 и 2; ящ. 26, яч. 1 и 2 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Пробирки | А. о., ящ. 39, яч. 1—50, 117—166; ящ. 24, яч. 4—6 |
| Трубка поглотительная угольная | А. о., ящ. 10, яч. 11 |
| Бумага фильтровальная | А. о., ящ. 9, яч. 2 |
| Флакон из бесцветного стекла с притертой пробкой вместимостью 1000 мл | П. о., ящ. 82, яч. 3 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Бензин Б-70 | П. о., ящ. 60, яч. 2 |
| Хлороформ | А. о., ящ. 42, яч. 4 |
| Эфир петролейный | А. о., ящ. 30, яч. 1—13 |
| Едкий натр (едкое кали) | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Березовый активированный уголь БАУ | А. о., ящ. 43, яч. 10 и 13 |
| Весы бытовые | П. о., ящ. 57, яч. 4 |
| Этикетки | А. о., ящ. 10, яч. 16 |
| Шприц медицинский | А. о., ящ. 9, яч. 5 |
| Пипетка глазная | А. о., ящ. 51, яч. 3 |
| Клей конторский | А. о., ящ. 1, яч. 2 |
| Ручка шариковая | А. о., ящ. 1, яч. 9 |
| Журнал для записи | А. о., ящ. 31, яч. 1; П. о., ящ. 74, яч. 2 |
| Трафарет | А. о., ящ. 2, яч. 5 |
| Пипетка | П. о., ящ. 77, яч. 8—10 |
| Спринцовка резиновая | П. о., ящ. 75, яч. 2; А. о., ящ. 75, яч. 2 |

При выполнении автолабораторией самостоятельной задачи по обследованию зараженности различных объектов отбор проб для анализа проводит личный состав автолаборатории, для чего ис-

пользует комплект заборников проб, необходимое количество банок, пакетов и тампонов.

Места отбора проб в зависимости от вида предполагаемого заражения предварительно обследуют измерителем мощности дозы ДП-5В и прибором химической разведки ПХР-МВ (МПХР).

Отобранную пробу помещают в тару, предотвращая заражение наружной ее поверхности, по возможности герметично укупоривают, на этикетке указывают дату, время, место взятия пробы, фамилию взявшего пробу. Величина пробы должна обеспечивать трехкратный повторный анализ. В случае взятия пробы пищевых продуктов для экспертизы при возможности отбирают однотипные пробы незараженного материала, например из глубинных слоев продовольствия, которые используют в контрольных анализах.

К каждой пробе или группе проб, взятых с одного места, составляют сопроводительный документ с подробным описанием, по каким причинам была взята проба, результаты радиометрического и химического обследования объекта на месте.

В обязанности личного состава автолаборатории входит инструктаж по правилам отбора проб лиц, ведущих радиационную и химическую разведку.

## ОТБОР ПРОБ ГРУНТА, РАСТИТЕЛЬНОСТИ, СНЕГА

Пробы грунта, растительности и снега отбирают с открытых участков местности, наиболее зараженных отравляющими веществами. К таким участкам относятся места разрывов химических боеприпасов.

Отбор проб с местности, подвергнувшейся воздействию отравляющих веществ в аэрозольном состоянии, целесообразно проводить с участков, расположенных на директрисе распространения аэрозолей (определяется по пролету самолетов, воздушным разрывам боеприпасов, распространению дыма с учетом направления и скорости ветра).

Пробы грунта и снега отбирают с помощью специального совка (заборник проб) или лопатки (прибор химической разведки) с площади 70—100 $см^2$ на глубине 2—2,5 см. При отборе грунта следует избегать сильно увлажненных мест. При доставке проб снега не допускать его таяния.

Растительность является важным объектом для взятия проб, поскольку отравляющее вещество в этом случае менее загрязнено различными примесями. Траву и листья срезают ножницами и с помощью пинцета помещают в банку или пакет.

Не следует смешивать пробы растительности и грунта. На анализ отбирают не менее 70 $см^3$ обследуемого объекта.

## ОТБОР ПРОБ С ПОВЕРХНОСТЕЙ ВООРУЖЕНИЯ, ВОЕННОЙ ТЕХНИКИ И МЕДИЦИНСКОГО ИМУЩЕСТВА

Пробы с поверхности вооружения, военной техники и предметов медицинского имущества отбирают с мест, наиболее подверженных заражению отравляющими веществами (колесные диски, промасленные участки поверхности и др.), а также с мест, с которыми личный состав соприкасается при боевой деятельности (ложа личного оружия, прицелы, ручки и т. д.).

Для определения плотности заражения пробы отбирают с поверхности, ограничиваемой площадью трафарета не менее 30 $см^2$.

На анализ отбирают не менее трех проб с каждого объекта.

## ОТБОР ПРОБ ИЗ ОБОЛОЧЕК

Жидкие отравляющие вещества из оболочек извлекают с помощью пипетки, резиновой спринцовки или шприца.

Отбор проб отравляющих веществ из боеприпасов проводят лишь после обезвреживания взрывателей. На анализ отбирают не менее 70 $см^3$ вещества.

При подготовке к транспортированию особое внимание обращается на герметизацию тары и ее упаковку.

## ОТБОР ПРОБ ВОДЫ

Пробы воды из колодцев и других подобных источников воды отбирают с поверхностного и придонного слоев с помощью специального водозаборника.

Пробы воды с открытых водоемов (рек, озер, водохранилищ, прудов и т. п.) берут с поверхности вблизи берега, находящегося с подветренной стороны, так как плохо растворимые и нерастворимые в воде аэрозоли ОВ, ядов и продуктов ядерного взрыва могут длительное время находиться на поверхности воды и под действием ветра концентрироваться у берега.

Объем отбираемой пробы воды зависит от цели анализа. Для установления степени зараженности воды заранее известным веществом объем пробы должен быть 1—1,5 л. Для проведения систематического анализа требуется 3—5 л исследуемой воды. При подозрении на зараженность воды лишь продуктами ядерного взрыва объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,5 л.

Наряду с отбором пробы воды целесообразно на месте произвести извлечение ОВ и ядов из воды органическим растворителем или твердым сорбентом.

Извлечение ОВ и ядов органическим растворителем производят с помощью делительной воронки или любого другого сосуда. Для этого в воронку (сосуд) наливают исследуемую воду и органический растворитель из расчета на 1 л воды 10—20 мл растворителя и перемешивают в течение 5 мин. Затем после расслаивания жидкостей отделяют слой растворителя и помещают в чистую склянку с герметичной пробкой.

Для извлечения фосфорорганических ОВ и ипритов используют бензин, петролейный эфир, а для извлечения ОВ типа BZ и алкалоидов — хлороформ. Перед извлечением ОВ типа VX, BZ и алкалоидов исследуемую воду подщелачивают 0,1 н. водным раствором едкого натра (едкого кали) до pH=10 (0,5 мл раствора щелочи на 1 л воды).

Извлечение ОВ и ядов органического происхождения твердым сорбентом проводят с помощью трубки поглотительной угольной. Для этого через трубку поглотительную угольную пропускают 1—3 л исследуемой воды. Затем уголь извлекают из трубки, осушают от избытка воды фильтровальной бумагой, помещают в склянку (пробирку) и герметично закрывают пробкой.

## ОТБОР ПРОБ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ФУРАЖА

Пробы сыпучих пищевых продуктов и фуража, находящихся в мешочной или бумажной таре, отбирают с помощью совка или ложкой с поверхности продукта, непосредственно соприкасающегося с мешковиной или бумагой. Для этого делают П-образный разрез тары размером 10×20 см, вырезанную часть тары отгибают и отбирают поверхностный слой продукта на глубине 1—1,5 см.

Пробы сухарей, галет, печенья, сухих овощей и фруктов, пищевых концентратов, кускового сахара, брикетированного комбикорма и т. п., находящихся в таре (ящике, мешке и т. п.), отбирают с поверхности, прилегающей к подозрительной на заражение стороне тары. Брикетированный продукт (фураж) из тары отбирают отдельными брикетами, соприкасавшимися с тарой, и с поверхности срезают слой продукта толщиной 1—1,5 см.

Пробы мяса, рыбы, хлеба и твердых жиров берут с помощью ножа (скальпеля) и пинцета, срезая слой толщиной 1—1,5 см с наиболее подозрительных на заражение участков. Мелкую рыбу, свежие овощи и фрукты берут целыми экземплярами в требуемом для анализа количестве.

При взятии проб пищевых продуктов, содержащих большое количество влаги, одновременно проводят извлечение ОВ и ядов органическим растворителем (бензином, петролейным эфиром, хлороформом).

Для этого пробу продукта массой 50—100 г погружают в растворитель и перемешивают в течение 5 мин. После отстаивания растворитель сливают в склянку.

**Количество продуктов, изымаемое для экспертизы из одной партии**

| | |
|---|---|
| Хлеб, буханка | 3—5 |
| Мука, кг | 1,3—1,6 |
| Крупа, кг | 1,3—1,6 |
| Макаронные изделия, кг | 1,3—1,6 |
| Сухари, галеты, кг | 0,75—1 |
| Мясо, кг | 1,6—2,5 |
| Рыба крупная, шт. | 20—30 |
| Жиры, кг | 1,3—1,4 |

| | |
|---|---|
| Сахар, соль, кг | 0,75—1 |
| Овощи и фрукты сушеные, сено, солома, кг | 0,75—1 |
| Овощи и фрукты свежие, шт. | 20—40 |

## ОТБОР ПРОБ МЕДИКАМЕНТОВ И ПЕРЕВЯЗОЧНОГО МАТЕРИАЛА

Перед отбором проб медикаментов и перевязочного материала оценивают защитные свойства тары и упаковки. Медикаменты, находящиеся в стеклянной и металлической герметически закрывающейся таре, для химического анализа на зараженность ОВ не отбирают.

Пробы медикаментов, находящихся в бумажно-картонной или пленочной упаковке типа конвалют, берут целыми конвалютами, а медикаменты в другой упаковке — по массе (10—15 г).

Пробы перевязочного материала: бинты, индивидуальные перевязочные пакеты, салфетки и т. д. — берут целыми изделиями из тех участков тары, целость которых нарушена. Из крупных изделий перевязочный материал отбирают в количестве 10—15 г с помощью ножниц или скальпеля.

## Глава 3

# ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ПРОБ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Измеритель мощности дозы ДП-5В | П. о., ящ. 82, яч. 5 |
| Прибор для воздушной экстракции | А. о., ящ. 38, яч. 6—8 |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Прибор химической разведки ПХР-МВ (МПХР) | А. о., на боковой стенке левого стола; П. о., на левом борту кузова |
| Часовое стекло (чашка Петри) | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Капилляр стеклянный | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Чашка фарфоровая | А. о., ящ. 18, яч. 5 |
| Трубка индикаторная ИТ-44 (ИТ-51) | А. о., ящ. 10, яч. 6 и 9; П. о., ящ. 65, яч. 2 и 3 |
| Трубка индикаторная ИТ-36 | А. о., ящ. 10, яч. 10; П. о., ящ. 65, яч. 9 |
| Трубка индикаторная ИТ-13-37 | А. о., ящ. 10, яч. 3; П. о., ящ. 65, яч. 12 |
| Трубка индикаторная ИТ-45 | А. о., ящ. 10, яч. 7; П. о., ящ. 65, яч. 13 |
| Трубка индикаторная ИТ-47 | П. о., ящ. 65, яч. 4 |
| Трубка индикаторная ИТ-49 | П. о., ящ., 65, яч. 4 |
| Трубка индикаторная ИТ-48 | П. о., ящ. 66, яч. 4 |
| Трубка индикаторная ИТ-15-30 | А. о., ящ. 10, яч. 4; П. о., ящ. 65, яч. 10 |
| Бумага индикаторная № 1а (8×60 мм) | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Бумага индикаторная № 2 (8×60 мм) | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| № 570 (8×60 мм) | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| К-7а (8×60 мм) | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| КУ-1 (8×60 мм) | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| на белок | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Вата медицинская гигроскопическая | А. о., ящ. 23, яч. 5; П. о., ящ. 63, яч. 8 |
| Аммиак водный | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Ведро 9-л | П. о., под правым столом |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл | А. о., ящ. 22, яч. 2 |
| Реактив № 13 | А. о., ящ. 43, яч. 14 |
| Реактив № 20 | А .о., ящ. 40, яч. 1 |
| Железо (II) сернокислое | А. о., ящ. 41, яч. 6 |
| Кислота азотная | А. о., ящ. 5, яч. 2 |
| Бумага фильтровальная | П. о., ящ. 78, яч. 4 |

Пробы, поступающие в автолабораторию на анализ, после их регистрации в журнале (приложение 3, форма 1) подвергают предварительному обследованию в целях установления вида заражения (РВ, ОВ) и рассортировки проб по степени их опасности для личного состава лаборатории.

Предварительное обследование проб начинают с тщательного изучения сопроводительного донесения. Пробы военно-химического имущества, направляемые для проведения контрольных испытаний и определения возможности его использования по прямому назначению на зараженность продуктами ядерного взрыва и отравляющими веществами не обследуются, а передаются с донесением в аналитическое отделение лаборатории на анализ.

При отсутствии в донесении конкретных сведений о характере заражения исследуемого объекта, поступившие пробы первоначально обследуют на радиоактивную зараженность, а затем на зараженность отравляющими веществами.

Обследование проб на радиоактивную зараженность производят на площадке, удаленной от лаборатории на 20—30 м, на которой оборудуются две ямы глубиной до 1 м. Одна яма предназначается для сброса отходов, а другая — для временного хранения поступивших на анализ зараженных проб. Для временного хранения проб вместо ямы могут быть использованы естественные неровности местности, расщелины в скалах и т. п.

Радиометрическое обследование осуществляют измерителем мощности дозы ДП-5В в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Пробы, не имеющие гамма-излучения, в подготовительное отделение лаборатории заносят без ограничений по количеству, а пробы, создающие гамма-фон, — в таком количестве, чтобы мощность дозы от них за время работы у створки вытяжного шкафа не превышала $11 \cdot 10^{-10}$ А/кг (15 мР/ч). Остальные пробы хранят в ведре в яме на площадке.

Обследование проб на химическую зараженность производят в вытяжном шкафу подготовительного отделения.

Твердые пробы (грунт, растительность, зерно, крупы, хлеб и т. п.) обследуют индикаторными трубками, начиная с трубки на фосфорорганические ОВ, затем на иприты, люизит, фосген, синильную кислоту, хлорциан, вещество CS, хлорацетофенон и вещество CR.

По показаниям индикаторных трубок делают предварительное заключение о зараженности пробы отравляющими веществами и степени опасности ее для расчета лаборатории (особенно для случая проведения радиометрических анализов).

Для обследования индикаторными трубками половину доставленной пробы помещают в прибор для воздушной экстракции (рис. 1), к выходной трубке с помощью резинового кольца подсоединяют маркированным концом вскрытую индикаторную трубку.

Прибор с пробой выдерживают 5—10 мин в водяной бане с температурой 50—60° С, затем к индикаторной трубке подсоединяют насос и просасывают через трубку определенное количество воздуха. Порядок определения ОВ индикаторными трубками изложен в приложении 4. При обследовании пылевидных проб (пыль, мука, крахмал и т. д.) в крышку прибора помещают тонкий слой ваты.

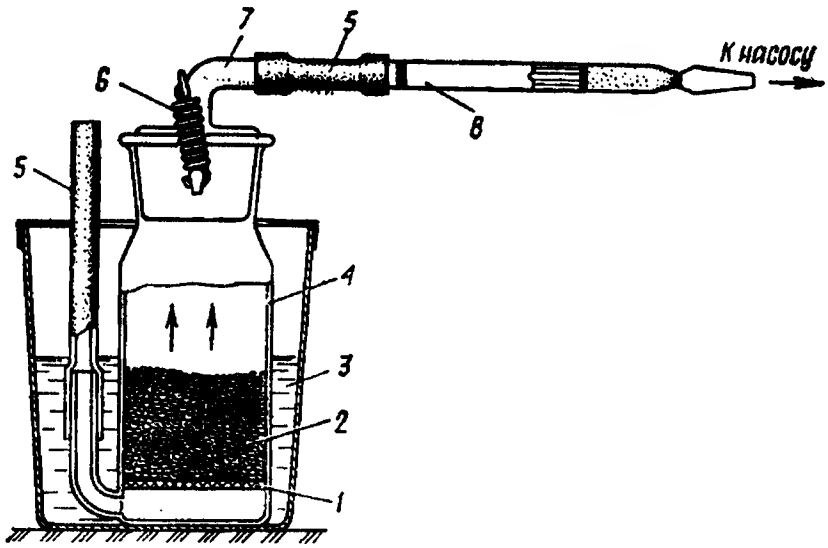



**Рис. 1.** Прибор для воздушной экстракции:
*1* — стеклянная пористая пластина; *2* — исследуемая проба; *3* — водяная баня; *4* — корпус прибора; *5* — резиновые трубки; *6* — стягивающая пружина; *7* — притертая пробка прибора с выводной трубкой; *8* — индикаторная трубка

Вместо указанного прибора можно использовать банку со специальной металлической крышкой из прибора ПХР-МВ (МПХР).

Отсутствие показаний индикаторных трубок не может служить основанием для утверждения об отсутствии зараженности пробы ОВ. Если пробой является жидкость, взятая из оболочек (снаряды, авиабомбы и др.), то обследование проводят с помощью индикаторных бумажек, а затем индикаторными трубками. Для обследования на часовое стекло (чашку Петри) помещают индикаторные бумажки размером около 1 см$^2$ и на них наносят исследуемую жидкость с помощью капилляра. Оценку показаний индикаторных бумажек проводят по появлению характерных окрасок в соответствии с данными, изложенными в приложении 5.

Пробы жидких пищевых продуктов, мяса, масла и т. п., а также воду обследованию бумажками и трубками не подвергают. Такие пробы на химический анализ поступают непосредственно в аналитическое отделение автолаборатории. Предварительному обследованию также не подвергаются пробы пищевых продуктов, доставленные для количественной оценки их зараженности (когда известно, чем может быть заражена проба).

Пробы, предназначенные для радиометрического анализа, но зараженные ОВ, перед приготовлением из них препаратов для из-

мерения подвергают дегазации. Твердые пробы дегазируют путем их нагревания в вытяжном шкафу в фарфоровой чашке на электрической плитке в течение 20—30 мин при периодическом перемешивании (не допускать обугливания). Жидкие пробы пищевых продуктов, вода, свежие овощи и фрукты дегазации не подвергаются, но при приготовлении из них препаратов и при анализах соблюдают соответствующие меры предосторожности.

Обследование проб, подозрительных на зараженность белоксодержащими препаратами, производится в вытяжном шкафу подготовительного отделения. На индикаторную бумагу на белок наносят одну каплю исследуемой воды, водного экстракта (при анализе сухих препаратов 20—30 мг и одну каплю дистиллированной воды). При наличии белоксодержащих веществ появляется красное окрашивание.

На фильтровальную бумагу последовательно наносят по одной капле растворов реактива № 20 (см. гл. 12), железа (II) сернокислого (см. гл. 12) и одну каплю исследуемой пробы (порядок прибавления обязателен). Появление синей окраски свидетельствует о наличии в пробе неорганического фосфат-иона.

Параллельно проводят анализ «холостой» (не содержащей фосфат-иона) пробы. Допускается в «холостой» пробе слабо-коричневая окраска, которая не мешает определению фосфат-иона.

## Глава 4

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАДИОАКТИВНОЙ ЗАРАЖЕННОСТИ ПРОБ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ, ФУРАЖА И ВОДЫ

Определение радиоактивной зараженности проб пищевых продуктов, фуража и воды проводится согласно Руководству по работе с измерителем ионизирующих излучений универсальным ИМД-12 (измерителем ИМД-12), приложение 9.

До оснащения автолаборатории АЛ-4М измерителем ИМД-12 необходимо временно использовать измеритель мощности дозы ДП-5В (ИМД-1). Определение радиоактивной зараженности проб при этом проводить согласно Инструкции по измерению радиоактивного заражения личного состава, поверхности и различных объектов, воды и продовольствия по гамма-излучению в полевых условиях.

# Глава 5

# ПОДГОТОВКА ПРОБ К ХИМИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6; ящ. 39, яч. 67—116; ящ. 45, яч. 4 |
| Спринцовка резиновая | А. о., ящ. 9, яч. 3; П. о., ящ. 75, яч. 2 |
| Штатив для пробирок | А. о., ящ. 24, яч. 4—6 |
| Пипетки стеклянные мерные | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15; ящ. 6, яч. 6—12 |
| Палочка стеклянная | А. о., ящ. 47, яч. 3; П. о., ящ. 77, яч. 11 и 13 |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Колбы мерные вместимостью 50 мл | А. о., ящ. 12, яч. 8—11 |
| То же 250 мл | А. о., ящ. 1, яч. 2 и 3 |
| Колбы конические с пробкой вместимостью 100 мл | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| То же 50 мл | А. о., ящ. 45, яч. 5—8; ящ. 48, яч. 17—28 |
| » 250 мл | А. о., ящ. 15, яч. 10—12 |
| Цилиндр мерный вместимостью 25 мл | А. о., ящ. 13, яч. 4—7 |
| То же 100 мл | А. о., ящ. 13, яч. 14 и 15 |
| » 10 мл | А. о., ящ. 13, яч. 2 и 3 |
| Воронка стеклянная диаметром 75 мм | А. о., ящ. 38, яч. 3—5; П. о., ящ. 64, яч. 1 и 2 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Воронка делительная вместимостью 50 мл | А. о., ящ. 15, яч. 1 и 2 |
| То же 100 мл | А. о., ящ. 15, яч. 3 и 4 |
| » 500 мл | А. о., ящ. 25, яч. 1 и 2 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Трубка поглотительная угольная | А. о., ящ. 10, яч. 11 |
| Чашка фарфоровая | А. о., ящ. 18, яч. 5 |
| Бумага фильтровальная | А. о., ящ. 9, яч. 2 |
| Прибор для фильтрации под вакуумом: | |
| колба с тубусом | А. о., ящ. 38, яч. 21 |
| воронка с фильтром | А. о., ящ. 37, яч. 14—18 |
| Пробки резиновые | А. о., ящ. 47, яч. 8 |
| Сверла | А. о., ящ. 47, яч. 11 |
| Мерник вместимостью 5 мл | А. о., ящ. 10, яч. 18 |
| Тигель | П. о., ящ. 67, яч. 19—43 |
| Спиртовка стеклянная | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12 |

| | |
|---|---|
| Колбы для перегонки вместимостью 250 мл | А. о., ящ. 32, яч. 13 |
| Насадка (вставка) | А. о., ящ. 36, яч. 8—11 |
| Холодильник | А. о., ящ. 36, яч. 1 |
| Алонж | А. о., ящ. 49, яч. 2 и 3 |
| Колба-приемник вместимостью 250 мл | А. о., ящ. 49, яч. 7; ящ. 15, яч. 8 и 9 |
| Песок прокаленный | А. о., ящ. 5, яч. 4 |
| Трубка дугообразная | А. о., ящ. 39, яч. 57—59 |
| Трубка соединительная | А. о., ящ. 37, яч. 21—25 |
| Трубка резиновая вакуумная | А. о., ящ. 24, яч. 3 |
| Штативы лабораторные | А. о., ящ. 8 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Метанол-яд | А. о., ящ. 51, яч. 6 |
| Бензин Б-70 | П. о., ящ. 60, яч. 2 |
| Эфир петролейный | А. о., ящ. 30, яч. 1—13 |
| Бензол | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Ацетонитрил | П. о., ящ. 85, яч. 1—18 |
| Хлороформ | А. о., ящ. 42, яч. 4 |
| Березовый активированный уголь БАУ | А. о., ящ. 43, яч. 10 и 13 |
| Едкий натр (едкое кали) | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Кислота соляная 0,1 н | А. о., ящ. 51, яч. 7 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Перекись водорода | А. о., ящ. 43, яч. 12 |
| Кислота ортофосфорная | А. о., ящ. 50, яч. 4 и 5 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл | А. о., ящ. 22, яч. 2; П. о., ящ. 70, яч. 2 |
| Карандаш для фарфора и стекла | А. о., ящ. 9, яч. 1; П. о., ящ. 79, яч. 1 |
| Колба круглодонная двугорлая | А. о., ящ. 32, яч. 13 |
| Лопатка стеклянная | А. о., ящ. 51, яч. 5 |

Подготовку проб к химическому анализу проводят в аналитическом отделении автолаборатории и начинают с осмотра пробы и ознакомления с результатами первичной разведки места отбора пробы или с результатами предварительного ее обследования в лаборатории. При осмотре пробы устанавливают возможность выделения из ее общей массы примесей, подозреваемых на отравляющие вещества.

Так, например, в пробах растительности и снега могут быть отдельные капли жидких или налет твердых веществ, в пробах воды — нерастворившиеся капли или осадок веществ. Эти вещества по возможности выделяют из пробы и собирают в отдельные пробирки, нумеруемые тем же номером, под которым числится проба. Такие вещества могут явиться наиболее ценной частью всей пробы.

Принятые в автолаборатории методы определения некоторых ОВ и ядов недостаточно чувствительны и не обеспечивают их обнаружение в количествах, соответствующих предельно допустимым концентрациям. Кроме того, непосредственное определение ОВ и ядов в некоторых пробах, как правило, невозможно, поэтому необходимо их предварительное выделение из пробы и концентрирование в анализируемом растворе.

## ИЗВЛЕЧЕНИЕ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ И ЯДОВ ИЗ ПРОБЫ ПРИ КАЧЕСТВЕННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ

Для извлечения ОВ и ядов используют следующие растворители: воду, этиловый и метиловый спирты, бензин, петролейный эфир, бензол, ацетонитрил, хлороформ. При обследовании воды для этих целей может быть использован твердый сорбент — березовый активированный уголь БАУ.

В целях более полного извлечения азотсодержащих ОВ (VX, BZ и алкалоидов) пробы перед добавлением органического растворителя (хлороформа, бензина, бензола) обрабатывают 0,1 н. раствором щелочи: твердые пробы — до их увлажнения, жидкие — из расчета 2 мл раствора на 1 л воды.

### Извлечение отравляющих веществ и ядов из проб грунта и растительности

При обследовании проб грунта, растительности и т. п. пробу при необходимости измельчают, тщательно перемешивают стеклянной лопаткой, отбирают 10—20 г, переносят в коническую колбу и приливают 15—20 мл растворителя (проба должна быть полностью покрыта растворителем). Колбу закрывают пробкой, содержимое тщательно перемешивают, помещают в водяную баню с температурой 35—40° С и выдерживают 10 мин при периодическом перемешивании.

Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр, предварительно смоченный используемым растворителем. Если экстракта получено менее 15 мл, то к той же части пробы прибавляют еще половинное количество растворителя и операцию экстрагирования повторяют. Полученные экстракты объединяют и используют для анализа. Оставшуюся часть пробы используют для экстрагирования другими растворителями.

Для проведения реакции идентификации ФОВ используют солянокислые реэкстракты. Для их получения в делительную воронку помещают 10 мл экстракта ФОВ в органическом растворителе и 20 мл соляной кислоты (10 мг/л). После тщательного перемешивания отделяют солянокислый реэкстракт (реэкстракт-1), который используют без предварительной нейтрализации.

### Извлечение отравляющих веществ и ядов из противодымного фильтра, тампонов и перевязочного материала

Для извлечения ОВ и ядов из противодымного фильтра, тампонов и перевязочного материала к помещенной в колбу пробе приливают 15 мл растворителя. Содержимое колбы перемешивают в течение 10 мин. Полученный экстракт декантируют в чистую пробирку. Оставшуюся в колбе пробу (фильтр, тампон) отжимают лопаткой от избытка растворителя, который присоединяют к общему объему экстракта.

### Извлечение отравляющих веществ и ядов из воды

Для извлечения ОВ и ядов воду в количестве 250—500 мл наливают в делительную воронку, приливают 15—20 мл органического растворителя и смесь перемешивают (необходимо избегать получения устойчивой эмульсии) в течение 5 мин. После расслоения жидкостей воду отделяют. К оставшемуся в воронке растворителю добавляют новую порцию воды и экстракцию повторяют. Полученный экстракт в органическом растворителе отделяют и используют для анализа.

При количественном определении ФОВ в воде биохимическим методом извлечение ОВ не производят, а исследуемую пробу непосредственно используют для анализа. При определении других ОВ берут 15 мл растворителя на 250 мл воды. После первого экстрагирования к оставшейся в воронке воде прибавляют новую порцию растворителя в количестве 15 мл и экстрагирование повторяют. Оба экстракта объединяют и используют для анализа. Для извлечения ипритов используют петролейный эфир (бензин), вещества BZ и алкалоидов — хлороформ после предварительного подщелачивания воды 0,1 н. раствором щелочи до pH=10.

Данный способ не рекомендуется использовать для извлечения люизита ввиду плохой его растворимости в органических растворителях.

Для извлечения всех известных ОВ и ядов органической природы из воды может быть использован березовый активированный уголь БАУ. После пропускания воды уголь извлекают из поглотительной трубки, отжимают от избытка воды фильтровальной бумагой и помещают в колбу. Добавляют 10 мл этилового спирта, содержимое колбы нагревают до кипения и в горячем состоянии фильтруют через бумажный фильтр. Полученный элюат используют для анализа.

### Извлечение отравляющих веществ и ядов из пищевых продуктов и фуража

Извлечение из продуктов и фуража таких ОВ, как ФОВ, иприты, арсины, целесообразно производить бензином (петролейным эфиром). ОВ типа VX, BZ и алкалоиды извлекают хлороформом после обработки проб щелочью. Порядок извлечения ОВ из сухих

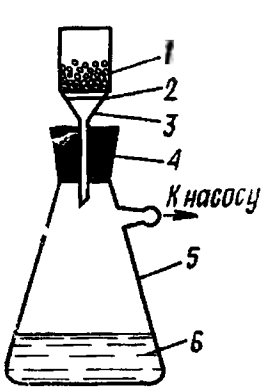



**Рис. 2.** Прибор для жидкостной экстракции:
*1* — проба; *2* — пористая пластина; *3* — воронка; *4* — пробка; *5* — склянка Бунзена; *6* — фильтрат

проб такой же, как и при извлечении ОВ из проб грунта и растительности. При извлечении ОВ, образующих с кислотами соли, из жиров используют воду, подкисленную соляной кислотой до pH=2—2,5. Твердые жиры перед экстракцией предварительно расплавляют. Извлечение ОВ из продуктов, содержащих большое количество жира, лучше осуществлять ацетонитрилом.

В тех случаях, когда при извлечении ОВ из пищевых продуктов водой образуются труднофильтрующиеся смеси, отделение экстракта целесообразно проводить с помощью прибора для фильтрации под вакуумом (рис. 2).

## ИЗВЛЕЧЕНИЕ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ И ЯДОВ ИЗ ПРОБЫ ПРИ КОЛИЧЕСТВЕННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ

### Извлечение ФОВ и иприта

Для извлечения ФОВ и иприта из проб, не содержащих большое количество жиров, к 10 (50) г измельченного продукта, взятого в колбу, приливают 20 (50) мл петролейного эфира (бензина). Колбу закрывают пробкой и содержимое тщательно перемешивают (периодически) в течение 15 мин при нормальной температуре. Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр, предварительно смоченный чистым растворителем, и собирают в чистую пробирку. При определении ОВ типа VX пробу продукта перед экстрагированием обрабатывают до слабого увлажнения 0,1 н. раствором щелочи.

Твердые жиры перед извлечением из них ОВ расплавляют. Иприт из жиров и продуктов, содержащих большое количество жира, извлекают ацетонитрилом.

### Извлечение вещества BZ

Для извлечения вещества BZ к 10 (50) г измельченного продукта, взятого в колбу, приливают 2 (10) мл 0,1 н. раствора щелочи, тщательно перемешивают и спустя 5 мин вносят 20 (50) мл хлороформа. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают в течение 15 мин при нормальной температуре. Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр, предварительно смоченный чистым растворителем.

10 мл хлороформенного экстракта переносят в делительную воронку, приливают 5 мл 0,005 н. раствора соляной кислоты и смесь перемешивают (не допуская образования устойчивой эмульсии) в течение 5 мин. После расслаивания жидкостей солянокислый раствор отделяют и используют для анализа.

### Извлечение мышьяксодержащих отравляющих веществ

При определении мышьяксодержащих ОВ пробы пищевых продуктов и фуража подвергают сжиганию. Для этого около 3 г навески исследуемого продукта вносят в колбу для сжигания, при-

ливают туда 8 мл концентрированной серной кислоты и нагревают на пламени горелки (спиртовки) до обугливания пробы. Затем по стенке колбы приливают 0,5—1 мл перекиси водорода и содержимое вновь нагревают в течение 10—15 мин. Если после нагревания жидкость остается темной, добавляют такое же количество перекиси водорода и вновь кипятят. Добавление перекиси водорода с последующим кипячением проводят до тех пор, пока жидкость в колбе не станет прозрачной. После охлаждения жидкость используют для анализа.

### Извлечение синильной кислоты и цианидов

Извлечение синильной кислоты и цианидов из пищевых продуктов и фуража производят путем перегонки с водяным паром. Для этого 10 г пробы помещают в круглодонную колбу для перегонки с водяным паром, приливают 100 мл дистиллированной воды и 5 мл ортофосфорной кислоты. Колбу соединяют с парообразователем, холодильником и приемной колбой (рис. 3).

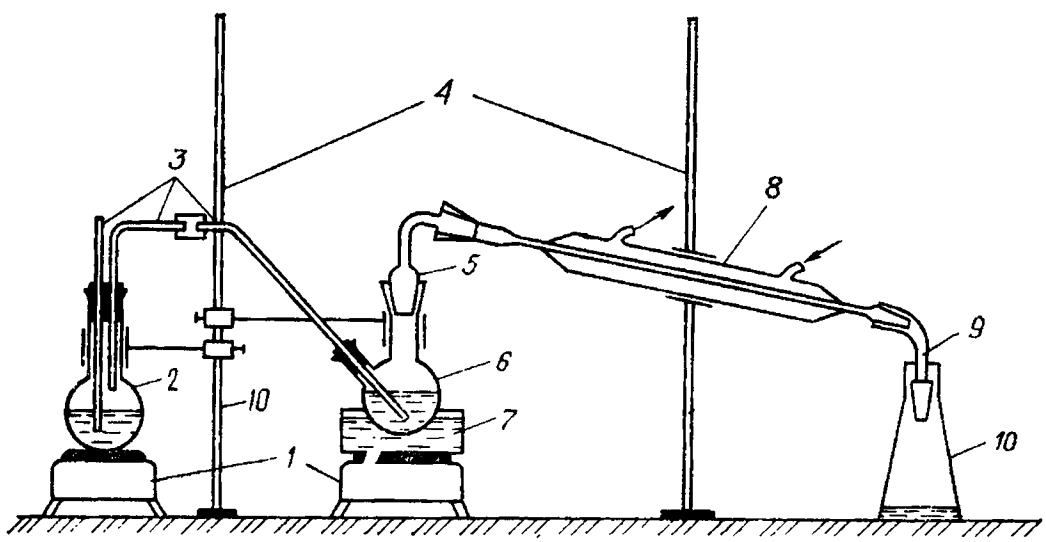



**Рис. 3.** Установка для перегонки с водяным паром:
*1* — электроплитки; *2* — колба-парообразователь; *3* — стеклянные трубки; *4* — штативы; *5* — вставка; *6* — колба для перегонки; *7* — песчаная баня; *8* — холодильник; *9* — алонж; *10* — приемная колба

Для поглощения паров синильной кислоты в приемную колбу наливают 10 мл 0,1 н. раствора едкой щелочи. Конец трубки холодильника (алонж) должен быть погружен в щелочной раствор. После отгонки 15—20 мл жидкости раствор из приемной колбы подвергают анализу на содержание цианидов.

**Извлечение ОВ из медикаментов** производят тем растворителем, в котором медикамент не растворяется. Порядок извлечения ОВ такой же, как и при извлечении ОВ из проб грунта и растительности.

**Обесцвечивание окрашенных растворов.** В некоторых случаях при извлечении ОВ из проб экстракты получаются окрашенными,

что может затруднить проведение цветных реакций. Для обесцвечивания окрашенных экстрактов используют березовый активированный уголь БАУ. Для этого в пробирку наливают 8—10 мл экстракта, прибавляют мерником 0,5 $см^3$ угля и после перемешивания нагревают на водяной бане до закипания раствора. Горячий раствор быстро фильтруют через бумажный фильтр. Данный способ обесцвечивания не пригоден для водных растворов, поскольку в этом случае наряду с красящими веществами практически полностью извлекаются и ОВ. Потери ОВ при однократном обесцвечивании могут достигать 30%.

# Глава 6

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ И ЯДОВ В РАСТВОРАХ

## КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ И ЯДОВ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6; ящ. 39, яч. 67—116; ящ. 45, яч. 4 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15; ящ. 6, яч. 6—12; П. о., ящ. 77, яч. 2—10, 12 и 14 |
| Штатив для пробирок | А. о., ящ. 24, яч. 4—6 |
| Штатив для пипеток | А. о., ящ. 28, яч. 6 |
| Спринцовка резиновая | А. о., ящ. 9, яч. 3 |
| Колбы мерные вместимостью 50 мл | А. о., ящ. 12, яч. 8—11 |
| То же 250 мл | А. о., ящ. 1, яч. 2 и 3 |
| » 500 мл | А. о., ящ. 1, яч. 4—8 |
| Колбы конические вместимостью 50 мл | А. о., ящ. 45, яч. 5—8; ящ. 48, яч. 17—28 |
| То же 100 мл | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| » 250 мл | А. о., ящ. 15, яч. 10—12 |
| Термостат-компаратор | А. о., ящ. 45, яч. 1 и 2 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Чашка фарфоровая | А. о., ящ. 18, яч. 5 |
| Прибор химической разведки ПХР-МВ (МПХР) | А. о., на боковой стенке левого стола; П. о., на левом борту кузова |
| Прибор для определения мышьяка | А. о., ящ. 3, яч. 1—4, 21 |
| Трубки стеклянные | А. о., ящ. 37, яч. 21—25 |
| Палочка стеклянная | А. о., ящ. 47, яч. 3; П. о., ящ. 77, яч. 3 и 11 |
| Склянка поглотительная | А. о., ящ. 3, яч. 17—20 |
| Трубка резиновая вакуумная техническая | А. о., ящ. 24, яч. 3 |
| Реометр стеклянный | А. о., на правом столе |
| Трубка индикаторная ИТ-36 | А. о., ящ. 10, яч. 10; П. о., ящ. 65, яч. 9 |
| Трубка индикаторная ИТ-15-30 | А. о., ящ. 10, яч. 4; П. о., ящ. 65, яч. 10 |
| Нож перочинный | А. о., ящ. 14, яч. 3; П. о., ящ. 78, яч. 1 |

| | |
|---|---|
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл. | А. о., ящ. 22, яч. 2 |
| Колориметр фотоэлектрический КФО или КФК | А. о., на левом лабораторном столе |
| Воронка стеклянная диаметром 75 мм | А. о., ящ. 38, яч. 3—5; П. о., ящ. 64, яч. 1 и 2 |
| Дефлегматор | А. о., ящ. 6, яч. 5 |
| Воронка стеклянная делительная вместимостью 100 мл | А. о., ящ. 15, яч. 3 и 4 |
| Цилиндр мерный с носиком вместимостью 100 мл | А. о., ящ. 13, яч. 14 и 15 |

Определение отравляющих веществ и ядов в пробах, для которых отсутствуют сведения о возможной их зараженности (по результатам войсковой химической разведки или предварительного обследования индикаторными трубками и бумажками), начинают с проведения групповых реакций, позволяющих выявить возможное наличие в пробах определенного класса или группы ОВ и наметить последующий ход анализа. Обследование проб проводят по схемам, представленным на рис. 4—7.

Когда имеются данные о применении конкретного ОВ (класса ОВ) в районе отбора проб, а также при положительных результатах предварительного обследования проб в лаборатории анализ начинают с подтверждения заражения пробы групповой реакцией на установленный класс (группу) ОВ с последующим проведением соответствующих реакций идентификации.

Для проведения реакций используют экстракты, полученные извлечением ОВ растворителем из различных проб, а также растворы веществ, взятых из емкостей и подозреваемых на наличие ОВ (10—20 мг растворяют в 15—20 мл растворителя).

## ГРУППОВЫЕ РЕАКЦИИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Бромтимоловый синий индикатор | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Едкий натр (едкое кали) | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Холинэстераза | А. о., ящ. 42, яч. 6 |
| Бутирилхолинйодид | А. о., ящ. 40, яч. 5—7 |
| Толуол | А. о., ящ. 21, яч. 11 и 12 |
| Хлороформ | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Метанол-яд | А. о., ящ. 51, яч. 6 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Медь сернокислая | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Цинк металлический | А. о., ящ. 48, яч. 15 |
| Бумага индикаторная № 2 | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Вата уксусно-свинцовая | А. о., ящ. 41, яч. 26 и 37 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Березовый активированный уголь БАУ | А. о., ящ. 43, яч. 10 и 13 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Бензол | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Кислота борная | А. о., ящ. 41, яч. 28 |
| Натрий фтористый | А. о., ящ. 41, яч. 9 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |

| | |
|---|---|
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Реактив № 14 . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 59 |
| Бензин Б-70 . . . . . | П. о., ящ. 60, яч. 2 |
| Ацетонитрил . . . . . | П. о., ящ. 85, яч. 1—10 |
| Трубка индикаторная ИТ-24 . . . | А. о., ящ. 10, яч. 5; П. о., ящ. 65, яч. 14 |
| Реактив № 7 . . . . . | П. о., ящ. 65, яч. 14 |

## Биохимическая реакция определения фосфорорганических отравляющих веществ

**Анализ воды.** Берут 5 мл исследуемой воды, прибавляют 1—2 капли 0,1% раствора индикатора бромтимолового синего и полученный раствор перемешивают. За окраской раствора наблюдают по вертикальной оси пробирки на фоне листа белой бумаги. Если раствор имеет желтую окраску (среда кислая), в пробирку добавляют по каплям 0,1 н. раствор едкого натра (едкого кали) до получения желто-зеленой окраски, если синюю (среда щелочная) — добавляют 0,1 н. раствор кислоты (уксусной, щавелевой) до получения желто-зеленой окраски. Одновременно аналогичным путем нейтрализуют (при необходимости) дистиллированную воду, используемую для контрольной пробы. Нейтрализованные исследуемая и контрольная пробы должны иметь желто-зеленую окраску одинаковой интенсивности. Полученные растворы немедленно используют для анализа.

В три колориметрические пробирки с притертыми пробками микропипеткой вносят по 0,5 мл раствора холинэстеразы в буфере (см. гл. 12). В первую пробирку вносят 1 мл дистиллированной воды (контрольная проба), в две другие — по 1 мл исследуемой воды. Причем в третью пробирку вносят исследуемую воду, предварительно разбавленную в 1000 раз дистиллированной водой. Пробирки закрывают пробками, содержимое двух-трехкратным переворачиванием пробирки перемешивают и ставят в штатив в один ряд с последовательным расположением: стандарт (см. гл. 12), контроль, опытная 1-я, опытная 2-я.

Состав реакционных смесей указан в табл. 1.

Таблица 1

**Состав реакционных смесей**

| Номер пробирки | Содержимое пробирок | Количество реактивов, мл | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Раствор холинэстеразы в буфере | Исследуемая вода | Незараженная вода | Раствор бутирилхолинйодида с индикатором |
| 1 | Стандарт | — | — | — | — |
| 2 | Контроль | 0,5 | — | 1 | 0,5 |
| 3 | Опытная 1-я (неразбавленная) | 0,5 | 1 | — | 0,5 |
| 4 | Опытная 2-я (разбавленная в 1000 раз) | 0,5 | 1 | — | 0,5 |

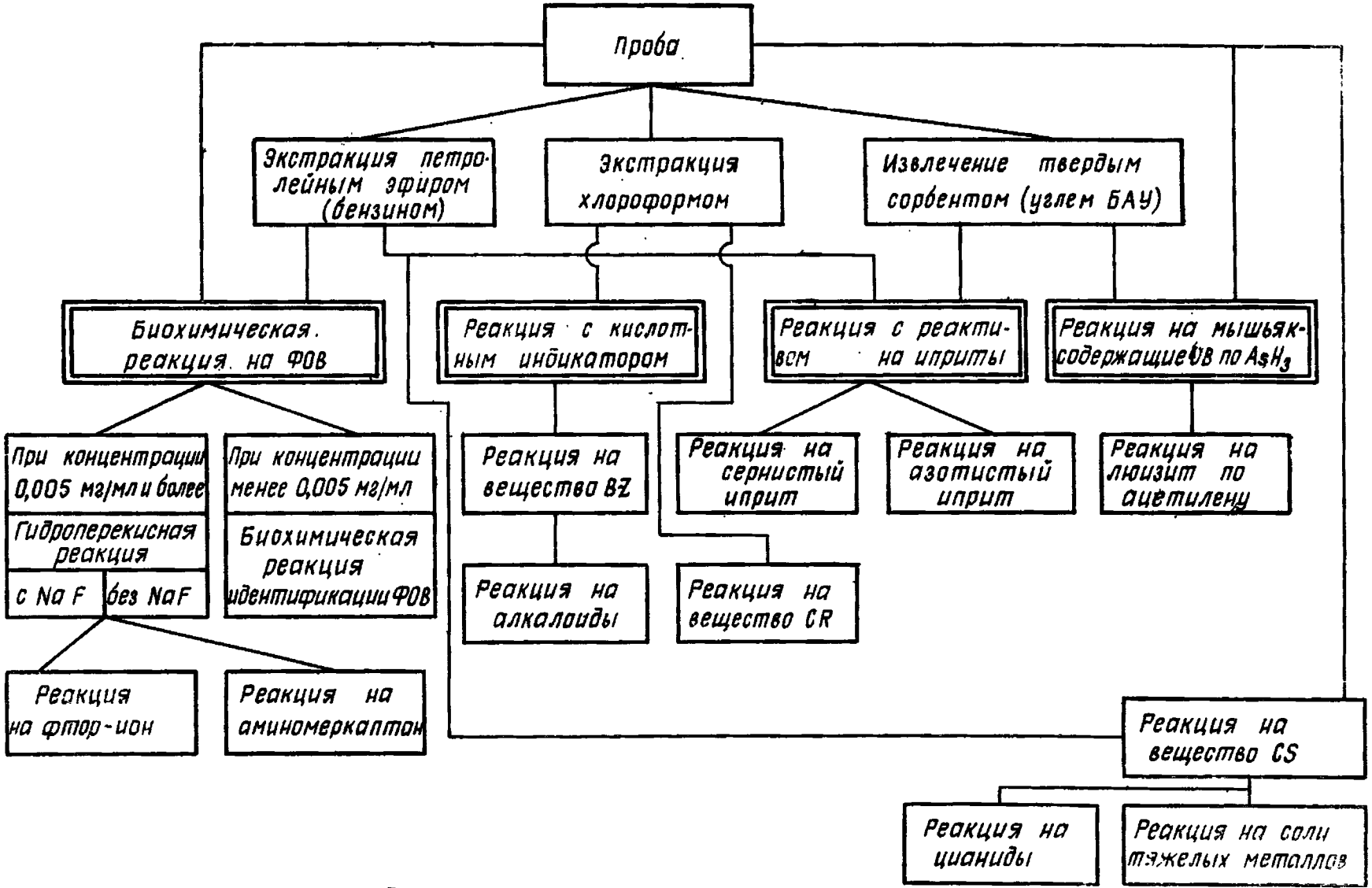



**Рис. 4.** Схема систематического анализа пробы воды

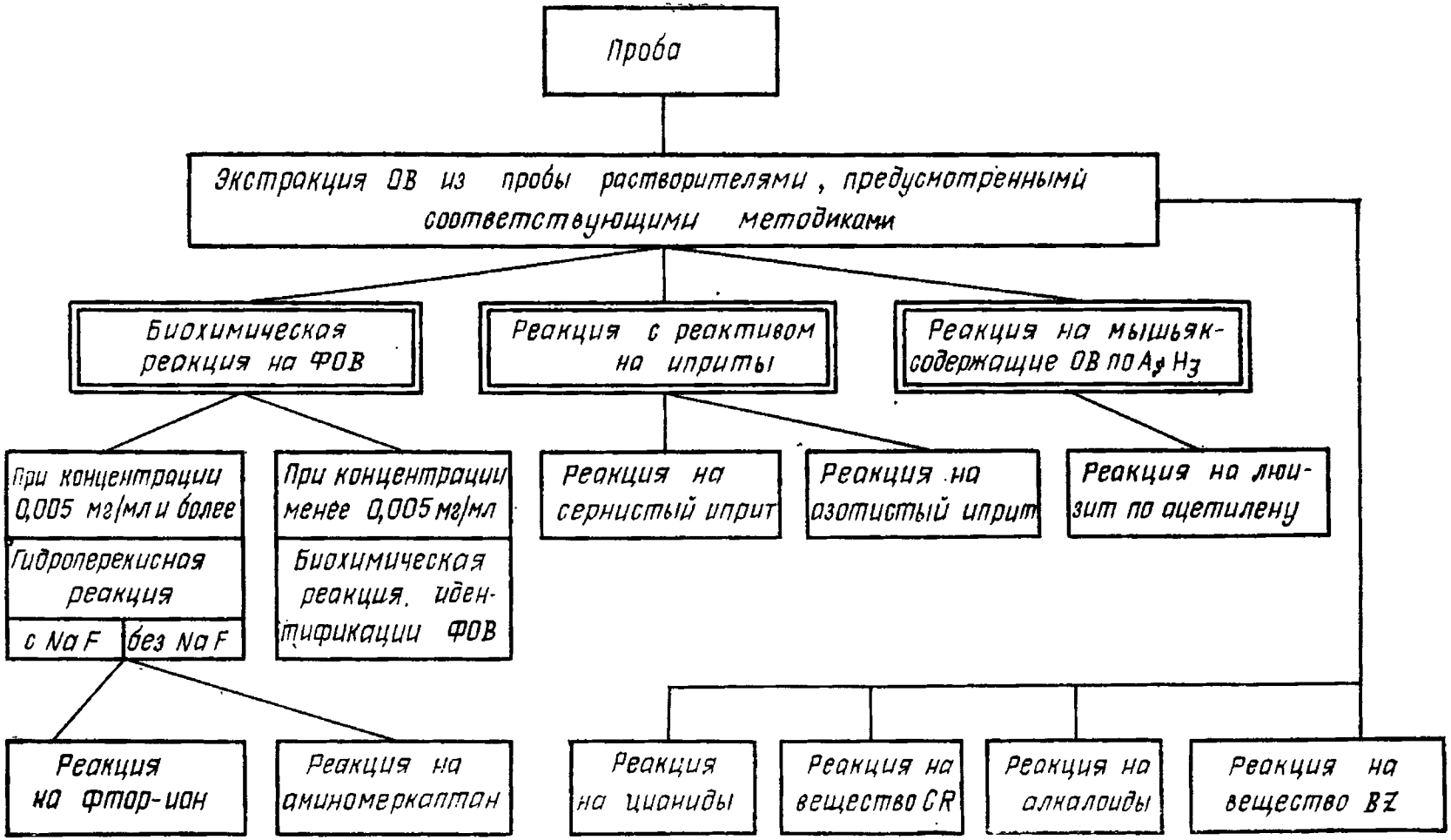



**Рис. 5.** Схема систематического анализа продовольствия и фуража

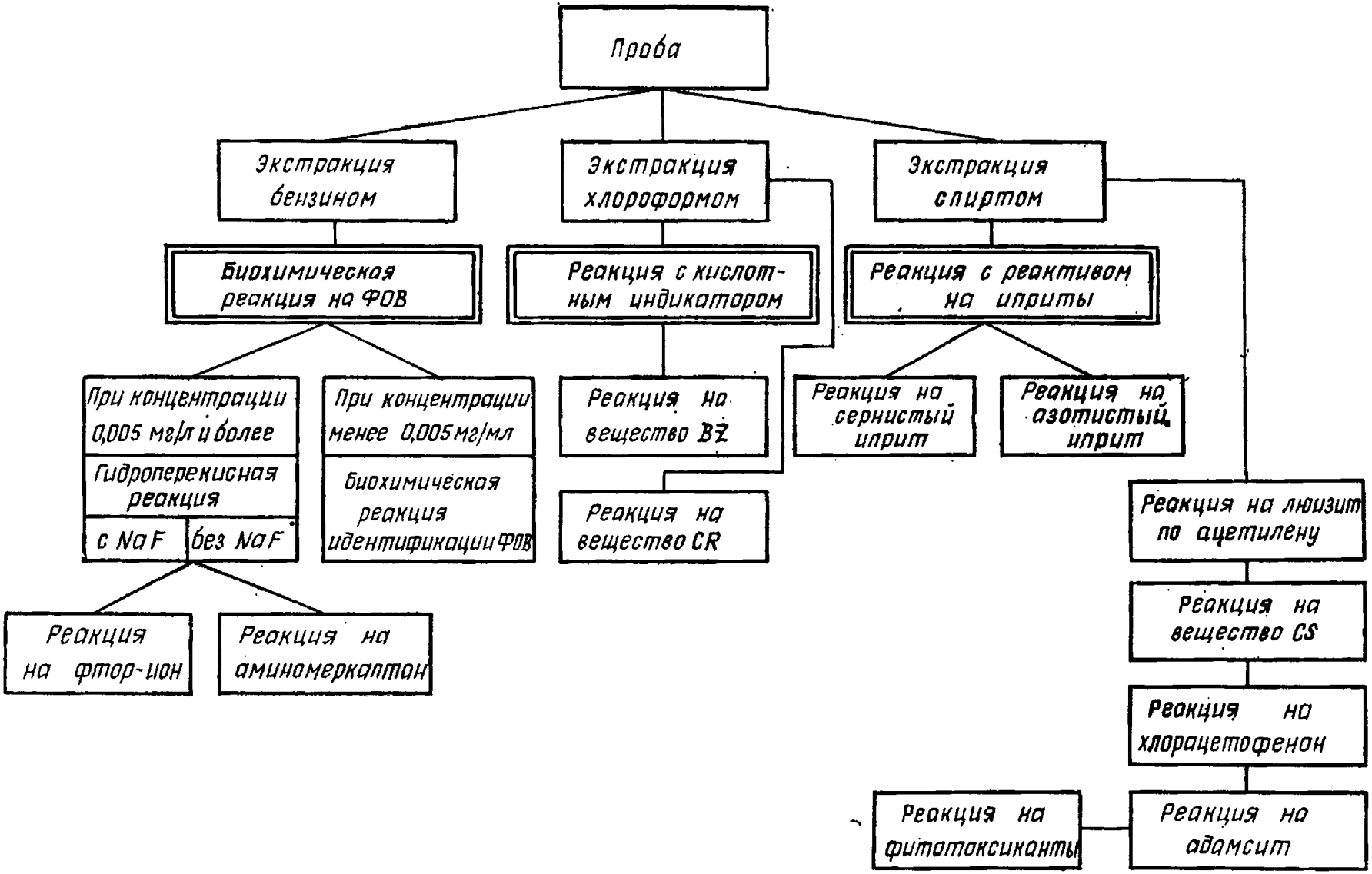



**Рис. 6.** Схема систематического анализа проб грунта и растительности

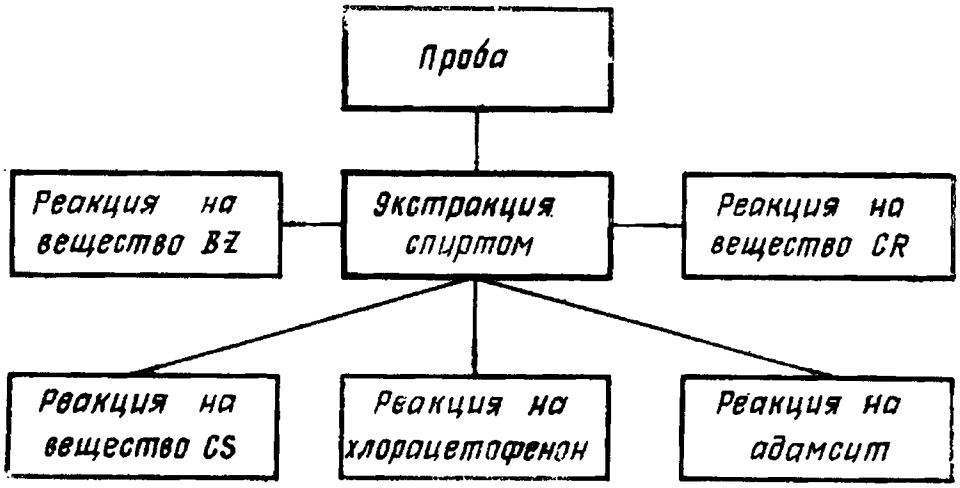



**Рис. 7.** Схема систематического анализа аэрозолей ОВ, взятых на противодымный фильтр

После 10 мин экспозиции (время контакта ОВ с холинэстеразой) при температуре 20—40° С в каждую пробирку вносят по 0,5 мл раствора бутирилхолинйодида с индикатором (см. гл. 12). Промежуток времени между внесением раствора бутирилхолинйодида в пробирки с контрольной и опытными пробами не должен превышать 15 с. После внесения раствора бутирилхолинйодида содержимое пробирок перемешивают и следят за изменением окраски контрольной и опытных проб.

Время выравнивания окраски контрольной пробы со стандартом $\tau_к$ должно составлять от 4 до 7 мин. Время выравнивания окраски опытных проб с окраской стандарта $\tau_{оп}$ зависит от степени заражения исследуемой воды. Пробу воды считают зараженной, если разность $\tau_{оп}—\tau_к$ превышает 1 мин. Различие в показаниях 1-й и 2-й опытных проб используют для ориентировочной оценки степени заражения воды, а также для оценки возможного присутствия в воде тех или иных ОВ или ядов (приложение 6).

Чувствительность определения $0{,}3 \cdot 10^{-6} — 1 \cdot 10^{-6}$ мг/мл.

Угнетение холинэстеразы вызывают ОВ типа BZ, азотистый иприт, некоторые алкалоиды и фитотоксиканты, а также другие ядовитые вещества, но в значительно больших концентрациях.

**Анализ бензиновых (эфирных) экстрактов.** В две пробирки или небольшие колбы наливают по 3—6 мл экстракта (неразбавленного и разбавленного растворителем в 1000 раз), по 1 мл буферного раствора холинэстеразы и по 2 мл дистиллированной воды. В третью пробирку (колбу) наливают 5—6 мл растворителя, 1 мл раствора холинэстеразы и 2 мл воды.

Пробирки (колбы) с растворами устанавливают в водяную баню с температурой 20—40° С и выдерживают 10 мин при тщательном перемешивании через каждые 2 мин. Затем пипеткой отбирают по 1,5 мл раствора холинэстеразы (нижний слой), переносят в чистые колориметрические пробирки и добавляют по 0,5 мл раствора бутирилхолинйодида. Растворы перемешивают и,

выдерживая пробирки при температуре 20—40° С, наблюдают за изменением окраски растворов.

Оценку результатов реакции проводят аналогично изложенному для случая анализа воды.

### Реакция определения ипритов с помощью реактива № 7

В пробирку с 2 мл бесцветного спиртового или бензинового (эфирного) экстракта исследуемого раствора приливают 2 мл реактива № 7 (см. гл. 12). Смесь в пробирке перемешивают. Если спиртовой слой обесцветится, добавляют по каплям 0,5% водного раствора едкого натра (едкого кали) до восстановления синей окраски. Содержимое пробирки нагревают на кипящей водяной бане в течение 3—5 мин. При анализе бензиновых растворов нагрев смеси осуществляют до полного испарения бензинового слоя. После охлаждения содержимое пробирки подкисляют одной-двумя каплями концентрированной уксусной кислоты до исчезновения синей окраски раствора. Появление желтой или оранжевой окраски раствора свидетельствует о присутствии в исследуемой пробе ипритов.

Если окраска слабо заметна, к раствору прибавляют 1 мл толуола и 1—2 мл дистиллированной воды, смесь перемешивают и дают расслоиться жидкостям. Окрашивание толуольного (верхнего) слоя в желтый цвет указывает на наличие иприта.

При анализе ацетонитрильных экстрактов весь полученный экстракт сначала выпаривают до объема 3—5 мл, затем обрабатывают равным количеством бензина. После тщательного перемешивания и расслоения жидкостей бензиновый (верхний) слой отделяют. К оставшемуся ацетонитрильному экстракту добавляют 3—5 мл реактива на иприт и смесь нагревают на кипящей бане в течение 3—7 мин. После охлаждения смесь подкисляют уксусной кислотой до исчезновения синей окраски. Окрашивание раствора в желтый или оранжевый цвет свидетельствует о наличии ипритов.

Чувствительность определения анализируемого раствора $1 \cdot 10^{-3}$ мг/мл, при экстракции толуолом — $5 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект вызывают галоидсодержащие углеводороды (хлороформ, дихлорэтан и др.), а также продукты хлорирования ипритов.

Окрашенные спиртовые растворы после проведения реакции с реактивом № 7 в дальнейшем используют для идентификации ипритов.

### Реакция определения азотсодержащих отравляющих веществ (VX, BZ, алкалоиды) с помощью кислотного индикатора

В пробирку с 2 мл исследуемой воды (солянокислого реэкстракта) приливают 2 мл хлороформа и 0,2 мл раствора реактива № 14 (см. гл. 12). При использовании хлороформенных экстрактов (из воды) к 2 мл последних приливают 2 мл дистиллированной воды и 0,2 мл раствора индикатора. Полученную смесь хоро-

шо перемешивают и после расслоения жидкостей пипеткой отбирают хлороформенный (нижний) слой (осторожно, чтобы не отобрать водный слой с индикатором), помещают в чистую пробирку. К раствору приливают 0,2 мл подкисленного этилового спирта (см. гл. 12).

В присутствии ОВ типа VX, BZ и алкалоидов хлороформенный раствор окрашивается в розовый или сиреневый цвет.

Чувствительность определения $3 \cdot 10^{-4}$—$5 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект возникает в присутствии некоторых фитотоксикантов (пиклорама, параквата) в концентрациях 0,01 мг/мл и выше, а также белков, входящих в состав пищевых продуктов.

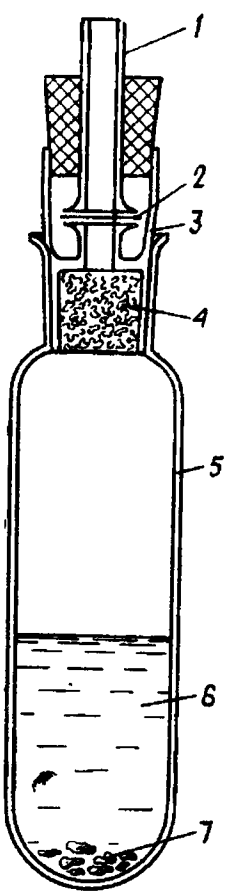
При анализе проб, взятых на противодымный фильтр, необходима постановка контрольного анализа, для которого используют экстракт из незараженного фильтра (из комплекта ВПХР).

При обследовании проб почвы реакцию проводят с использованием солянокислого реэкстракта.

Реакция не может быть использована при анализах пищевых продуктов.

### Реакция определения мышьяксодержащих веществ по мышьяковистому водороду

В колбу прибора (рис. 8) для определения мышьяка наливают 10 мл исследуемой воды, вносят 2,5 мл концентрированной серной кислоты, кристаллик сернокислой меди, три-четыре гранулы металлического цинка. Колбу быстро закрывают насадкой, предварительно снаряженной индикаторной бумажкой № 2 и уксусно-свинцовой ватой.




Прибор устанавливают в вертикальное положение и выдерживают 20—30 мин. Окрашивание бумажки в желтый или коричневый цвет указывает на присутствие в пробе арсинов. При погружении бумажки в 5% раствор йодистого калия интенсивность окраски повышается.

Чувствительность определения $5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Вместо индикаторной бумажки возможно использование индикаторной трубки ИТ-24 на мышьяковистый водород, которую вставляют маркированным концом в отверстие резиновой пробки насадки прибора вместо стеклянной трубки.

При анализе спиртового экстракта в колбу прибора наливают 5 мл экстракта и 5 мл дис-

**Рис. 8.** Прибор для определения мышьяка:

*1* — выходная трубка с резиновой пробкой; *2* — индикаторная бумажка; *3* — насадка; *4* — уксусно-свинцовая вата; *5* — колба; *6* — реакционная смесь; *7* — гранулы цинка

тиллированной воды. К полученному раствору добавляют две-три капли 30% водного раствора едкого натра (едкого кали) и содержимое колбы кипятят 2—3 мин. После охлаждения к раствору прибавляют 2,5 мл концентрированной серной кислоты, кристаллик сернокислой меди, три-четыре гранулы металлического цинка и далее анализ проводят, как указано.

При определении мышьяксодержащих веществ в березовом активированном угле БАУ последний помещают в колбу прибора для определения мышьяка, приливают 10 мл дистиллированной воды и кипятят в течение 5 мин. Затем в колбу приливают 2,5 мл концентрированной серной кислоты, вносят кристаллик сернокислой меди, три-четыре гранулы металлического цинка и далее анализ проводят, как указано.

Определение мышьяксодержащих веществ в некоторых пищевых продуктах (в мясе, рыбе) проводят после их минерализации (см. гл. 5). Весь полученный минерализат переносят в колбу прибора для определения мышьяка и, не добавляя кислоты, анализ проводят, как указано для случая воды.

## РЕАКЦИИ ИДЕНТИФИКАЦИИ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Бензидин дигидрохлорид | А. о., ящ. 40, яч. 12 |
| Натрий перборат | А. о., ящ. 41, яч. 23 |
| Натрий фтористый | А. о., ящ. 41, яч. 9 |
| Натрий углекислый | А. о., ящ. 48, яч. 11 |
| Бумага индикаторная универсальная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| 4,4-динитродифенилдисульфид | А. о., ящ. 40, яч. 8 |
| Кислота соляная 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 7 |
| Пиридин | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Аммиак водный | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17; П. о., ящ. 61, яч. 1 |
| Лакмус | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Дихлорэтан | А. о., ящ. 52, яч. 26 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Едкий натр (едкое кали) | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Алюминий (полоски) | А. о., ящ. 43, яч. 1 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Реактив № 20 | А. о., ящ. 40, яч. 3 |
| Калий марганцовокислый | А. о., ящ. 32, яч. 3; П. о., ящ. 71, яч. 7 |
| Хлорамин Б | А. о., ящ. 41, яч. 35 |
| М-динитробензол | А. о., ящ. 40, яч. 18 |
| Кислота азотная | А. о., ящ. 5, яч. 2 |
| Трубка индикаторная ИТ-45 | А. о., ящ. 10, яч. 7; П. о., ящ. 65, яч. 13 |
| Уротропин (гексаметилентетрамин) | А. о., ящ. 40, яч. 64 |
| Реактив № 17 | А. о., ящ. 40, яч. 46 |
| Реактив № 15 | А. о., ящ. 41, яч 31 |
| Реактив № 16 | А. о., ящ. 40, яч. 30 |
| Бензин Б-70 | А. о., ящ. 30, яч. 14—18 |
| Кислота борная | А. о., ящ. 41, яч. 28 |

| | |
|---|---|
| Реактив № 18 | А. о., ящ. 40, яч. 26 |
| Толуол | А. о., ящ. 21, яч. 11 и 12 |
| Реактив № 19 | А. о., ящ. 40, яч. 21 |
| Реактив на фтор | См. гл. 12 |
| Реактив № 7 | См. гл. 12 |
| Фосфорно-вольфрамовый реактив | См. гл. 12 |
| Реактив на ацетилен | См. гл. 12 |
| Реактив на галоидциан | См. гл. 12 |
| Трубка индикаторная ИТ-36 | А. о., ящ. 10, яч. 10 |
| Трубка индикаторная ИТ-15-30 | А. о., ящ. 10, яч. 4 |
| Трубка индикаторная ИТ-48 | П. о., ящ. 66, яч. 4 |
| Трубка индикаторная ИТ-47 | П. о., ящ. 65, яч. 4 |
| Трубка индикаторная ИТ-49 | П. о., ящ. 65, яч. 4 |

### Раздельное определение фосфорорганических отравляющих веществ гидроперекисной реакцией

В две пробирки вносят по 2 мл исследуемой воды (при анализе спиртовых экстрактов в каждую пробирку вносят 2 мл экстракта и 1 мл дистиллированной воды), прибавляют по 1 мл 0,2% водно-спиртового (1 : 1) раствора солянокислого бензидина и по 1 мл 0,25% водного раствора пербората натрия. В одну из пробирок вносят 50—60 мг фтористого натрия. Растворы в пробирках хорошо перемешивают и выдерживают на водяной бане при температуре 75—85° С в течение 2—3 мин.

Одновременно проводят контрольные анализы (с фтористым натрием и без него) с использованием незараженной воды или спирта.

Окрашивание опытной пробы, не содержащей фтористого натрия, в желтый цвет свидетельствует о возможности присутствия зарина или зомана. Наличие желтой окраски в пробе с фтористым натрием свидетельствует о присутствии зарина, зомана или ОВ типа VX.

Контрольные пробы должны быть бесцветными.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-3} — 5 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект возможен от присутствия в пробе галоидцианов, люизита, дифосгена, некоторых пестицидов (тиофоса, метилнитрофоса, розолона и др.), солей некоторых металлов (четыреххлористого титана, солей железа).

Для повышения чувствительности окрашенные продукты реакции извлекают толуолом.

При анализе бензиновых (эфирных) экстрактов к 5 мл экстракта приливают 2 мл дистиллированной воды и при слабом нагревании на водяной бане и периодическом перемешивании отгоняют бензин (петролейный эфир). К оставшемуся водному раствору приливают реактивы и анализ проводят, как указано.

### Раздельное определение фосфорорганических отравляющих веществ биохимической реакцией

Для раздельного определения ФОВ этим методом используют солянокислые реэкстракты (см. гл. 5), для которых разность $\tau_{оп} — \tau_к$ составляет не менее 5 мин.

**Определение отравляющих веществ типа зарин и VX.** В одну из пробирок помещают одну каплю нейтрализованного раствора реактива № 15 (см. гл. 12), а затем в обе пробирки приливают по 1 мл исследуемого реэкстракта и по 0,5 мл раствора холинэстеразы. Далее анализ проводят, как при биохимической реакции определения ФОВ, и сравнивают время изменения окраски в пробирках, содержащей и не содержащей реактив № 15.

В присутствии ОВ типа VX время изменения окраски раствора с реактивом № 15 меньше, чем раствора без этого реактива.

В присутствии зарина или зомана время изменения окраски раствора, содержащего реактив № 15, равно или больше, чем раствора без этого реактива.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-6} — 5 \cdot 10^{-6}$ мг/мл.

**Определение зарина и зомана.** В одну из двух пробирок помещают одну каплю реактива № 16 (см. гл. 12), а затем в обе пробирки приливают по 1 мл исследуемого реэкстракта и по 0,5 мл раствора холинэстеразы. Далее анализ проводят, как при биохимической реакции определения ФОВ.

При наличии в пробе зарина время изменения окраски раствора, содержащего реактив № 16, больше времени изменения окраски раствора без реактива № 16. При наличии зомана эффект обратный.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-6} — 5 \cdot 10^{-6}$ мг/мл.

## Определение отравляющих веществ типа VX по аминомеркаптану

Реакцию на аминомеркаптан проводят одним из двух способов, выбираемых в зависимости от концентрации ОВ, находящегося в анализируемом растворе (определяется при проведении биохимической реакции).

Первый способ (при концентрации ОВ 0,005 мг/мл и выше).

Реакцию проводят с использованием бесцветных водных, спиртовых растворов или солянокислых реэкстрактов.

В пробирку к 2 мл анализируемого раствора приливают 1 мл 4% водного раствора фтористого натрия, смесь перемешивают и выдерживают при температуре 20—40° С в течение 10 мин. При анализе солянокислых реэкстрактов перед добавлением фтористого натрия раствор нейтрализуют 10% водным раствором бикарбоната натрия (двууглекислого натрия) до pH=6—7. Затем приливают 1 мл 0,01% раствора 4,4-динитродифенилдисульфида в пиридине.

Окрашивание раствора в желтый или оранжевый цвет свидетельствует о наличии в пробе ОВ типа VX.

Одновременно проводят контрольный анализ с использованием незараженной воды, спирта или 0,005 н. соляной кислоты.

Окраска раствора контрольной пробы должна быть бесцветной.

При использовании бензиновых (эфирных) или хлороформенных экстрактов предварительно проводят реэкстракцию ОВ в 0,005 н. растворе соляной кислоты (см. гл. 5).

Реэкстракт после нейтрализации используют для проведения реакции, как указано.

Чувствительность определения $3 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Реакция практически специфична.

Второй способ (при концентрации ОВ ниже 0,005 мг/мл).

К 1 мл анализируемого водного раствора прибавляют 1 мл 4% водного раствора фтористого натрия, смесь хорошо перемешивают и выдерживают при температуре 20—40° С в течение 10 мин. Затем приливают 2 мл индикаторного раствора реактива № 19 (см. гл. 12) и смесь вновь перемешивают. Одновременно проводят контрольный анализ с использованием дистиллированной воды. Обесцвечивание или снижение интенсивности синей окраски раствора в течение 10 мин по сравнению с окраской контрольной пробы свидетельствует о наличии в пробе ОВ типа VX.

При использовании бензиновых (эфирных) или хлороформенных экстрактов предварительно производят реэкстракцию ОВ в 0,005 н. растворе соляной кислоты (см. гл. 5). Реэкстракт без нейтрализации используют для проведения реакции, как указано.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-5}$ — $5 \cdot 10^{-5}$ мг/мл.

## Определение зарина и зомана по фтор-иону

В пробирку к 2 мл исследуемой воды прибавляют две капли 20—25% водного раствора аммиака. Смесь перемешивают и нагревают до кипения. После охлаждения раствор подкисляют 1 н. раствором соляной кислоты до слабокислой реакции по универсальной индикаторной бумажке, затем к раствору по каплям прибавляют реактив на фтор (см. гл. 12). Одновременно проводят контрольный анализ с использованием незараженных растворов. Сравнение окраски в опытной и контрольной пробах проводят после прибавления к реагирующей смеси каждой капли реактива.

В присутствии зарина и зомана раствор (водный) опытной пробы окрашивается в желтый цвет; окраска контрольной пробы розовая.

При использовании спиртовых элюатов или бензиновых (эфирных) экстрактов к 2 мл анализируемого раствора добавляют 1 мл дистиллированной воды, две капли 20—25% водного раствора аммиака и далее реакцию проводят, как указано.

Чувствительность определения $3 \cdot 10^{-4}$ — $4 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

Окрашенный спиртовой раствор после проведения групповой реакции на иприты с реактивом № 7 делят на две равные части (приблизительно по 2 мл). К одной части раствора приливают 1 мл палладиевого реактива (см. гл. 12), прибавляют три-четыре капли разбавленной соляной кислоты (1 : 4) и перемешивают.

Образование сиреневой или малиновой окраски указывает на наличие в пробе сернистого иприта, а желтой окраски — азотистого иприта.

К другой части окрашенного раствора приливают 1 мл фосфорно-вольфрамового реактива (см. гл. 12) и 0,5 мл дихлорэтана. Смесь тщательно перемешивают. При необходимости для разделения жидкостей к смеси приливают 1 мл дистиллированной воды. Окрашивание нижнего дихлорэтанового слоя в сиренево-малиновый цвет указывает на присутствие в пробе азотистого иприта, а в желтый или оранжевый цвет — на присутствие сернистого иприта.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-3}$—$3 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Примечание. При больших концентрациях иприта (рубиново-красный цвет дихлорэтанового слоя) количество окрашенного спиртового раствора, используемого для анализа, уменьшают в 4—5 раз, а количество дихлорэтана увеличивают в 2—3 раза.

## Определение люизита

В пробирку к 4—6 мл исследуемой воды или спиртового экстракта прибавляют 0,5 мл 30% раствора едкого кали и перемешивают. Через 4—5 мин раствор подкисляют концентрированной уксусной кислотой до слабокислой реакции и приливают 0,5 мл реактива на ацетилен (см. гл. 12). Окрашивание раствора в розовый или вишневый цвет и выпадение хлопьевидного осадка такого же цвета указывает на присутствие люизита или его оксида.

Чувствительность определения $3 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Реакция практически специфична.

Для высокочувствительного определения люизита и его оксида в воде используют метод отгона образующегося в реакции со щелочью ацетилена с помощью водорода. Для этого в колбу вместимостью 500 мл наливают 400—450 мл исследуемой воды, 50 мл 30% раствора едкого кали и помещают сложенную гармошкой алюминиевую пластинку. Колбу немедленно закрывают пробкой с вставленной изогнутой трубкой, свободный конец которой помещают в пробирку с 2 мл реактива на ацетилен. Колбу с содержимым нагревают до температуры 60—80° С. Процесс газовыделения продолжают 20—30 мин. При наличии в исследуемой воде люизита или его оксида в концентрации $3 \cdot 10^{-5}$ — $5 \cdot 10^{-5}$ мг/мл и выше индикаторный раствор в пробирке окрашивается в розовый или вишневый цвет.

**Анализ воды.** Для извлечения BZ из воды используют хлороформ (см. гл. 5). В фарфоровую чашку помещают 5—10 мл хлороформенного экстракта и на водяной бане выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют одну-две капли 2% раствора уротропина в концентрированной серной кислоте.

Вместо раствора уротропина можно использовать 5% раствор реактива № 20 в концентрированной серной кислоте. Для этого сухой осадок в фарфоровой чашке растворяют в 1 мл ледяной уксусной кислоты. Раствор переливают в пробирку и осторожно по стенке пробирки наслаивают 2 мл раствора реактива № 20.

Окрашивание сухого остатка в фарфоровой чашке (использование раствора уротропина) в синий цвет или появление голубого кольца на границе расслоения уксуснокислого раствора и реактива № 20 указывает на наличие в пробе ОВ типа BZ.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

**Анализ проб грунта, пищевых продуктов, растительности и др.** Извлекают ОВ хлороформом с последующей реэкстракцией в 0,005 н. раствор соляной кислоты, 3—5 мл солянокислого реэкстракта помещают в фарфоровую чашку и осторожно выпаривают на электроплитке досуха. Далее реакцию проводят, как указано для случая анализа воды.

## Определение отравляющего вещества CS

Анализ воды можно проводить двумя способами.

Первый способ. В пробирку к 3—4 мл исследуемой воды приливают 0,1 мл водного раствора марганцовокислого калия с концентрацией 0,2 мг/мл. Смесь перемешивают и приливают 1 мл водного раствора хлорамина Б с концентрацией 2 мг/мл и через 1 мин 1 мл реактива на галоидцианы (см. гл. 12). Окрашивание раствора в сиреневый цвет свидетельствует о наличии в пробе ОВ CS.

Одновременно проводят контрольный анализ с использованием незараженной дистиллированной воды.

Чувствительность определения $3 \cdot 10^{-4} — 5 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект вызывают хлорциан, синильная кислота и ее соли, а также продукт гидролиза вещества CS динитрил малоновой кислоты в концентрациях 0,01 мг/мл и выше.

Второй способ. В пробирку к 10 мл исследуемой воды, доведенной до pH=6—7 и прогретой на кипящей водяной бане в течение 1 мин, вносят 0,2 мл 0,5% спиртового раствора реактива № 17 и смесь перемешивают. Окрашивание раствора в голубой цвет указывает на присутствие в пробе ОВ CS.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-3} — 5 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект вызывают хлорциан, синильная кислота и ее соли, а также продукт гидролиза вещест-

ва CS динитрил малоновой кислоты в концентрациях 0,01 мг/мл и выше.

**Анализ экстрактов.** Первый способ. В пробирку к 3—4 мл экстракта приливают 2 мл этилового спирта, 0,1 мл водного раствора марганцовокислого калия и после перемешивания 1 мл раствора хлорамина Б. Смесь тщательно перемешивают и через 1 мин приливают 1 мл реактива на галоидциан. После перемешивания смеси дают расслоиться. Окрашивание нижнего слоя в сиреневый цвет свидетельствует о наличии в пробе ОВ CS.

В данных условиях динитрил малоновой кислоты в концентрациях ниже 1 мг/мл эффекта аналогичного веществу CS не вызывает.

Второй способ. 10—15 мл эфирного экстракта (можно использовать хлороформенный экстракт) упаривают до объема 1—2 мл. В пробирку к экстракту осторожно по стенке наслаивают 2% раствор уротропина в концентрированной серной кислоте. Появление на границе раздела двух жидкостей лимонно-желтого кольца указывает на присутствие в пробе ОВ CS.

Чувствительность определения $5 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект возникает в присутствии зомана в больших концентрациях.

## Определение хлорацетофенона

В пробирку к 2—3 мл спиртового экстракта добавляют 0,5 мл 0,5% спиртового раствора метадинитробензола и три — пять капель 30% водного раствора едкого кали. В присутствии хлорацетофенона раствор окрашивается в розовый или вишневый цвет.

Чувствительность определения $3 \cdot 10^{-4} — 5 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

Аналогичный аналитический эффект вызывают некоторые кетоны (ацетон, ацетофенон и др.). Вещество CS вызывает образование оранжевой окраски при концентрации 0,01 мг/мл и выше.

## Определение адамсита

В фарфоровую чашку вносят 2—5 мл спиртового экстракта или кристаллик твердого вещества, подозреваемого на адамсит, осторожно добавляют три — пять капель концентрированной азотной кислоты и полученный раствор упаривают на электрической плитке досуха. К сухому остатку прибавляют четыре-пять капель 30% раствора едкого кали и размазывают этот раствор стеклянной палочкой по внутренней поверхности чашки. Появление розового или вишнево-красного окрашивания щелочного раствора указывает на присутствие в пробе адамсита.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

Реакция специфична.

**Анализ воды.** 400 мл исследуемой воды подщелачивают 2 мл 0,1 н. раствора едкого натра до pH=10—11. Для извлечения CR применяют 10 мл хлороформа с использованием делительной воронки.

К 3—5 мл хлороформенного экстракта вносят 3—5 мл дистиллированной воды, подкисленной одной-двумя каплями соляной кислоты, разведенной в соотношении 1 : 1, хлороформ отгоняют полностью на кипящей водяной бане. К охлажденному водному раствору прибавляют 0,5 мл 1% водного раствора реактива № 18 (см. гл. 12). Содержимое встряхивают и оставляют стоять 3—5 мин. Затем вносят 0,5 мл толуола и перемешивают смесь. При положительной реакции слой толуола окрашивается в соломенно-желтый цвет.

Чувствительность определения в воде $0{,}5 \cdot 10^{-4} — 1 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

**Анализ проб пищевых продуктов.** Извлечение ОВ из пищевых продуктов проводят 1% водным раствором соляной кислоты. Из солянокислой вытяжки CR экстрагируют хлороформом с использованием делительной воронки (на 10 мл солянокислого раствора берут 3—5 мл хлороформа). Далее анализ проводят, как в случае воды.

Чувствительность определения в солянокислой вытяжке $3 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

### Определение синильной кислоты, хлорциана, фосгена

Ввиду высокой летучести этих ОВ их определение производят с помощью индикаторной трубки ИТ-45.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В РАСТВОРАХ С ПОМОЩЬЮ ИНДИКАТОРНЫХ ТРУБОК

Использование индикаторных трубок для определения ОВ в растворах целесообразно при анализах сильноокрашенных экстрактов. Для анализа используют бензольные, бензиновые или эфирные экстракты. Порядок определения отравляющих веществ с помощью индикаторных трубок изложен в приложении 4.

### Определение сернистого иприта трубкой с одним желтым кольцом ИТ-36

В поглотительную склянку наливают 1 мл анализируемого экстракта, к выходному (центральному) штуцеру склянки подсоединяют с помощью резиновой трубки встык маркированным концом вскрытую индикаторную трубку. К индикаторной трубке подсоединяют насос (вакуумную линию) и при скорости прососа 1 л/мин испаряют экстракт в индикаторную трубку. По окончании испарения склянку помещают в кипящую водяную баню и про-

сос продолжают еще 1 мин. Индикаторную трубку отсоединяют, подогревают (место нахождения наполнителя) рукой в течение 1—2 мин и наблюдают индикационный эффект. Окрашивание наполнителя в красный цвет свидетельствует о наличии в пробе сернистого иприта.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

### Определение хлорацетофенона трубкой с одним белым кольцом ИТ-15-30

В поглотительную склянку вносят 1 мл анализируемого экстракта. К выходному штуцеру с помощью индикаторной трубки встык подсоединяют вскрытую индикаторную трубку (маркированным концом или концом с одним белым кольцом при использовании ИТ-15-30) и при скорости прососа 1 л/мин и подогреве склянки на водяной бане при температуре 60—80° С испаряют экстракт в трубку. Трубку отсоединяют, разбивают ампулу и наблюдают индикационный эффект. При наличии хлорацетофенона наполнитель трубки окрашивается в розовый или малиновый цвет.

Чувствительность определения $5 \cdot 10^{-4}$ мг/мл.

ОВ типа CR в концентрациях 0,1 мг/мл и выше вызывает образование оранжевой окраски.

### Определение отравляющих веществ CS и CR трубками ИТ-47 (ИТ-49) и ИТ-48

Анализ проводят аналогично анализу с помощью трубки ИТ-15-30.

При наличии в пробе ОВ CS наполнитель трубки ИТ-47 после разбивания ампулы с реактивами окрашивается в красный цвет, при наличии в пробе ОВ CR наполнитель трубки ИТ-48 окрашивается в оранжевый цвет. При работе с ИТ-49 (определение CS) ампулу вскрывают перед прососом анализируемого воздуха. При прососе наблюдают появление на наполнителе индикационного эффекта в соответствии с эталоном кассетной этикетки.

Чувствительность определения $5 \cdot 10^{-5}$ мг/мл.

Аналогичный эффект вызывают несимметричный диметилгидразин, синильная кислота при определении ОВ CS; ксилидин, дымы на основе красного фосфора — при определении ОВ CR.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЯДОВИТЫХ ВЕЩЕСТВ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Хлорамин Б | А. о., ящ. 41, яч. 35 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Кислота соляная 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 7 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Йод | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Ртуть двуйодистая | А. о., ящ. 40, яч. 58 |
| Реактив на галоидциан | См. гл. 12 |

| | |
|---|---|
| Силикагель | А. о., ящ. 50, яч. 18; П. о., ящ. 82, яч. 2 |
| Реактив № 7 | См. гл. 12 |
| Висмут азотнокислый | А. о., ящ. 40, яч. 15 |
| Реактив № 5 | А. о., ящ. 10, яч. 55 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Калий хромовокислый | А. о., ящ. 40, яч. 28 |
| Натрий уксуснокислый | А. о., ящ. 40, яч. 48 |
| Медь однойодистая | А. о., ящ. 40, яч. 40 |
| Гидроксиламин гидрохлорид | А. о., ящ. 41, яч. 5 |
| Едкий натр (едкое кали) | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Квасцы железоаммонийные | А. о., ящ. 40, яч. 29 |
| Трубка поглотительная угольная | А. о., ящ. 10, яч. 11 |
| Трубка индикаторная ИТ-45 | П. о., ящ. 65, яч. 13; А. о., ящ. 10, яч. 7 |

### Определение цианидов

В пробирку к 3—4 мл исследуемой воды приливают 1 мл водного раствора хлорамина Б с концентрацией 2 мг/мл. Через 1 мин к раствору добавляют 1 мл реактива на галоидциан (см. гл. 12). Окрашивание раствора в сиреневый или красно-фиолетовый цвет свидетельствует о наличии в пробе цианид-иона, а следовательно, о возможном присутствии в воде синильной кислоты. Реакция практически специфична.

Чувствительность определения $2 \cdot 10^{-5}$—$5 \cdot 10^{-5}$ мг/мл.

### Определение алкалоидов

Предварительно извлекают алкалоиды из воды и пищевых продуктов хлороформом (см. гл. 5). Хлороформенный экстракт (10—15 мл) переносят в фарфоровую чашку и испаряют на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл дистиллированной воды, подкисленной до pH = 2—2,5 0,005 н. раствором соляной кислоты. Раствор переносят равными частями в три пробирки. В пробирки приливают по 0,5 мл реактивов на алкалоиды: в первую — раствор калий-висмут йодида, во вторую — раствор йода в йодистом калии и в третью — раствор двуйодистой ртути в йодистом калии. Появление хотя бы в одной из пробирок по истечении 5—10 мин взвеси или опалесценции указывает на присутствие в пробе алкалоидов.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-2}$—$3 \cdot 10^{-1}$ мг/мл в зависимости от вида алкалоида.

Аналогичный аналитический эффект вызывают ОВ типа VX, BZ и другие азотсодержащие вещества.

### Определение солей тяжелых металлов

В пробирку к 5 мл исследуемой воды прибавляют приблизительно 10 мг (на кончике ножа) реактива № 5, смесь перемешивают до растворения реактива. Затем к полученному раствору

прибавляют одну-две капли разбавленной (1 : 1) соляной кислоты и вновь перемешивают. Окрашивание раствора по истечении 10—15 мин в желто-бурый цвет или выпадение осадка такого же цвета указывает на присутствие в воде солей тяжелых металлов (ртути, свинца, меди, олова, мышьяка, сурьмы и т. д.).

Чувствительность определения 3—15 мг/л.

Для определения микроколичеств солей тяжелых металлов пробу воды в количестве 100 мл и более упаривают на электрической плитке до остатка 2—3 мл, подкисляют и при необходимости фильтруют через бумажный фильтр. К фильтрату прибавляют реактив № 5.

**Определение солей бария.** К 5 мл исследуемой воды приливают 1 мл водного раствора хромовокислого калия (бихромата калия) с концентрацией 70 мг/мл и 1 мл водного раствора уксуснокислого натрия с концентрацией 130 мг/мл. Смесь перемешивают. Образование желтого осадка свидетельствует о наличии в пробе солей бария.

**Определение ртути.** В пробирку к 5 мл исследуемой воды прибавляют 20—30 мг йодистой меди и смесь тщательно перемешивают. В присутствии солей двухвалентной ртути образуется взвесь или осадок желтого или оранжевого цвета.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-3}$ мг/мл.

## Определение фитотоксикантов

**Определение эфиров полихлорфеноксиуксусных кислот.** 10 мл спиртового раствора вещества (экстракт) осторожно выпаривают до одной-двух капель, прибавляют одну-две капли щелочного раствора гидроксиламина солянокислого (смесь равных объемов 12,5% водного раствора солянокислого гидроксиламина и 12,5% спиртового раствора едкого натра). После перемешивания раствор оставляют на 5 мин, а затем прибавляют две — четыре капли 1% водного раствора железоаммонийных квасцов и подкисляют несколькими каплями 0,5 н. раствора соляной кислоты. При наличии эфиров полихлорфеноксиуксусных кислот (2, 4-Д; 2, 4, 5-Т) появляется сиренево-фиолетовое окрашивание раствора.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-2}$ мг/мл.

Аналогичную реакцию могут вызывать ОВ типа BZ, CS.

**Определение параквата.** К 1 мл спиртового раствора вещества (экстракта) приливают 1 мл 5,5% водного раствора едкого кали и 1 мл 0,05% водного раствора реактива № 5.

При наличии в пробе фитотоксикантов дипиридилиевой группы раствор окрашивается в синий цвет.

Чувствительность определения $1 \cdot 10^{-2}$ мг/мл (по параквату).

**Определение пиклорама.** Готовят стеклянную трубку диаметром 4—6 мм и длиной 100—110 мм. В трубку между двумя тампонами стеклянной ваты помещают активированный силикагель слоем 10—15 мм. На силикагель наносят пять — семь капель исследуемого спиртового раствора (экстракта). К подготовленной реак-

ционной трубке подсоединяют вскрытую индикаторную трубку с тремя зелеными кольцами (маркированным концом). Участок реакционной трубки с силикагелем интенсивно нагревают на пламени спиртовки или бензиновой горелки.

С началом разложения пиклорама (выделение продуктов разложения в виде белого дыма) осуществляют просос продуктов разложения через индикаторную трубку. Окрашивание третьего слоя наполнителя индикаторной трубки в розовый цвет указывает на наличие пиклорама в пробе.

Чувствительность определения 0,8—1 мг/мл.

## КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

## АНАЛИЗ ВОДЫ

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Едкое кали | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Медь сернокислая | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Цинк металлический | А. о., ящ. 48, яч. 15 |
| Вата уксусно-свинцовая | А. о., ящ. 41, яч. 26 и 37 |
| Бумага индикаторная № 2 | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Реактив № 14 | А. о., ящ. 40, яч. 59 |
| Реактив № 20 | А. о., ящ. 40, яч. 3 |
| Калий хромовокислый | А. о., ящ. 40, яч. 28 |
| Реактив № 7 | См. гл. 12 |
| Аммиак водный | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Индигокармин | А. о., ящ. 40, яч. 21 |

### Определение фосфорорганических отравляющих веществ

При количественном определении фосфорорганических ОВ используют данные качественного анализа проб воды и результаты идентификации ОВ. При этом фиксируют время выравнивания окраски со стандартом в контрольной ($\tau_к$) и опытной ($\tau_{оп}$) пробах. Анализ проводят аналогично определению ФОВ биохимической реакцией. По результатам анализа вычисляют степень угнетения активности холинэстеразы $J$ (%):

$$J = 100 - \frac{\tau_к}{\tau_{оп}} 100.$$

Используя данные табл. 2, рассчитывают концентрацию ОВ в анализируемом растворе.

Если при анализе степень угнетения активности холинэстеразы превышает 70% ($\tau_{оп}$ превышает $\tau_к$ в 4 раза и более), анализируемую пробу разбавляют дистиллированной водой в 10 раз и более в зависимости от ожидаемой концентрации ОВ и анализ повторяют.

Таблица 2

**Концентрация ФОВ в воде при различной степени угнетения активности холинэстеразы**

| Степень угнетения активности холинэстеразы, % | Концентрация ОВ в воде, мг/мл | | |
|---|---|---|---|
| | зарина | зомана | VX |
| 20 | $7{,}5 \cdot 10^{-7}$ | $2{,}6 \cdot 10^{-7}$ | $5{,}4 \cdot 10^{-7}$ |
| 30 | $1{,}2 \cdot 10^{-6}$ | $4 \cdot 10^{-7}$ | $9{,}8 \cdot 10^{-7}$ |
| 40 | $1{,}6 \cdot 10^{-6}$ | $6 \cdot 10^{-7}$ | $1{,}5 \cdot 10^{-6}$ |
| 50 | $2{,}1 \cdot 10^{-6}$ | $8 \cdot 10^{-7}$ | $2{,}3 \cdot 10^{-6}$ |
| 60 | $3{,}1 \cdot 10^{-6}$ | $1 \cdot 10^{-6}$ | $3{,}5 \cdot 10^{-6}$ |
| 70 | $4{,}4 \cdot 10^{-6}$ | $1{,}4 \cdot 10^{-6}$ | $4{,}8 \cdot 10^{-6}$ |

Примечание. Определение концентраций ФОВ при других степенях угнетения активности холинэстеразы проводят путем интерполяции.

Зараженность воды $A$ (мг/л) рассчитывают по формуле

$$A = nC \cdot 1000,$$

где $n$ — коэффициент, учитывающий разбавление исследуемой воды ($n=1$ — для неразбавленной воды; $n=10$ — для разбавленной в 10 раз и т. д.);

$C$ — концентрация ОВ в анализируемой пробе, определяемая по табл. 2, мг/мл.

## Определение ипритов

Определение ипритов производят после их извлечения петролейным эфиром (бензином). В колбу с обратным холодильником помещают 10 мл эфирного (бензинового) экстракта, приливают 10 мл реактива № 7 и смесь нагревают на водяной бане при температуре 90—100° С в течение 20 мин.

При нагреве следят за окраской раствора. При его обесцвечивании добавляют по каплям 0,5—1% водный раствор (свежеприготовленного) едкого кали (натра) до восстановления синей окраски. Подогретый раствор охлаждают и подкисляют двумя — четырьмя каплями концентрированной уксусной кислоты. Отбирают пипеткой 10 мл спиртового (окрашенного) раствора и помещают в кювету с длиной слоя 20 мм.

Измерение оптической плотности ($Д$) производят на колориметре фотоэлектрическом однолучевом КФО (КФК-2) с маркой поглотителя № 3 ($\lambda_{max}=500$ нм$\pm$10 нм).

Пользуясь градуировочным графиком (рис. 9), определяют концентрацию ипритов в колориметрируемом растворе.

Для проверки градуировочного графика используют водно-спиртовые растворы реактива № 14 (см. гл. 12). Для их приготовления готовят исходный спиртовой раствор индикатора с концентрацией 0,01 мг/мл (табл. 3).

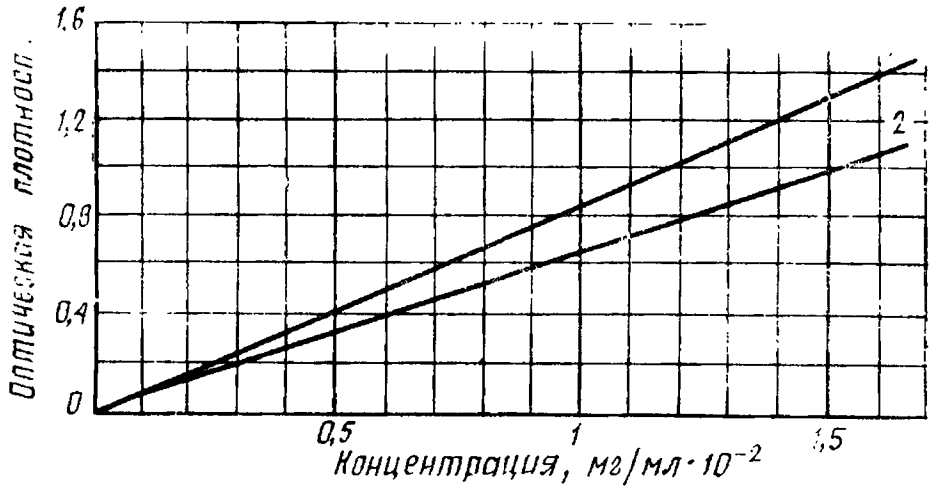



**Рис. 9.** Градуировочный график для определения ипритов:
*1* — сернистый иприт; *2* — азотистый иприт

Таблица 3

**Растворы для проверки градуировочного графика при определении ипритов**

| Состав рабочих растворов, мл | | Концентрация иприта, соответствующая по оптической плотности рабочему раствору индикатора, мг/мл |
|---|---|---|
| Исходный раствор | Дистиллированная вода | |
| 0,85 | 9,15 | 0,001 |
| 2,2 | 7,8 | 0,0025 |
| 4,6 | 5,4 | 0,005 |
| 6,8 | 3,2 | 0,0075 |
| 10 | 0 | 0,01 |

Зараженность воды $A$ (мг/л) ипритами рассчитывают по формуле

$$A = \frac{CV_1}{V} 1000,$$

где $C$ — концентрация ОВ в колориметрируемом растворе, определяемая по градуировочному графику, мг/мл;
$V_1$ — объем растворителя, взятого для экстракции ОВ из воды, мл;
$V$ — объем исследуемой воды, взятой для экстракции, мл.

## Определение мышьяксодержащих отравляющих веществ

В колбу прибора для определения мышьяка (см. рис. 8) к 20 мл исследуемой воды приливают 2 мл 30% водного раствора едкого натра (едкого кали) и смесь нагревают до кипения. После охлаждения к щелочному раствору прибавляют 3 мл концентрированной серной кислоты, несколько кристаллов сернокислой меди и три-четыре гранулы металлического цинка. Колбу немедленно закрывают насадкой, предварительно снаряженной

уксусно-свинцовой ватой и индикаторной бумажкой № 2. Прибор устанавливают в вертикальном положении и выдерживают 30—40 мин. Индикаторную бумажку извлекают и интенсивность окрашенного на ней пятна сравнивают со шкалой цветных эталонов на арсины и производят определение количества мышьяка в анализируемой пробе воды.

Если образовавшееся на индикаторной бумажке пятно по интенсивности слабее эталонов, то бумажку погружают на 5 мин в 5% водный раствор йодистого калия, а затем сравнивают с другой шкалой эталонов (для индикаторных бумажек, обработанных йодистым калием).

Концентрацию мышьяка $C_x$ (мг/л) в воде рассчитывают по формуле

$$C_x = \frac{C_1}{V} 1000,$$

где $C_1$ — содержание мышьяка в пробе анализируемой воды (по эталону), мг;

$V$ — объем воды, взятой на анализ, мл.

При количественном определении люизита найденную концентрацию мышьяка умножают на 2,7.

### Определение отравляющего вещества BZ

Предварительно экстрагируют ОВ из воды хлороформом (см. гл. 5). Весь объем полученного хлороформенного экстракта переносят в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. В чашку к сухому остатку приливают 2 мл концентрированной уксусной кислоты. С помощью стеклянной палочки раствор в чашке тщательно перемешивают, смывая при этом весь сухой остаток с поверхности чашки. Затем к полученному раствору приливают 4 мл реактива № 20 в концентрированной серной кислоте с концентрацией 50 мг/мл и смесь тщательно перемешивают. Раствор готовят заблаговременно — за 2 сут до использования. Срок годности 15 сут. Посинение реактива свидетельствует о его порче. Через 10 мин окрашенный раствор колориметрируют в кювете с длиной слоя 10 мм на колориметре фотоэлектрическом однолучевом КФО с маркой поглотителя № 4 ($\lambda_{max}$=597 нм±10 нм).

Пользуясь градуировочным графиком (рис. 10), определяют концентрацию ОВ в колориметрируемом растворе.

Для проверки градуировочного графика используют имитационный раствор, состав которого приведен в табл. 4.

Зараженность воды $A$ (мг/л) ОВ BZ рассчитывают по формуле

$$A = \frac{CG}{V \cdot 0{,}7} 1000,$$

где $C$ — концентрация ОВ в колориметрируемом растворе, определяемая по градуировочному графику, мг/мл;

$G$ — суммарный объем уксусной кислоты и реактива, взятый для растворения сухого остатка в чашке, мл;

$V$ — объем исследуемой воды, взятой для экстракции, мл;

0,7 — коэффициент извлечения вещества из воды хлороформом при принятой методике экстрагирования.

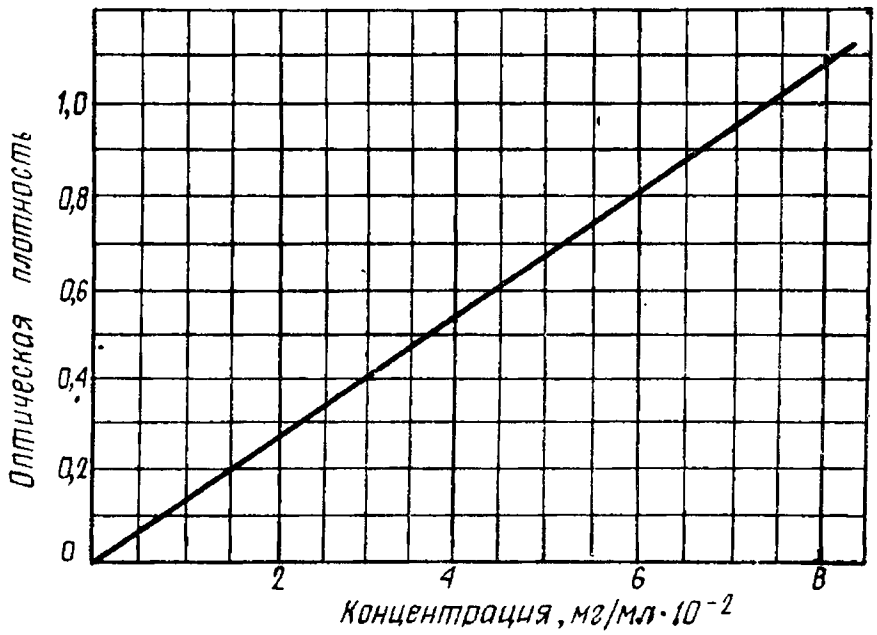



**Рис. 10.** Градуировочный график для определения вещества BZ

Таблица 4

**Растворы для проверки градуировочного графика при определении BZ**

| Количество, мл, водного раствора индикатора индигокармина в концентрациях, мг/мл | | Количество, мл, водного раствора хромата калия в концентрации 1 мг/мл | Количество дистиллированной воды, мл | Концентрация вещества BZ, соответствующая по оптической плотности имитационному раствору, мг/мл |
|---|---|---|---|---|
| 0,1 | 0,01 | | | |
| 6,4 | — | 0,5 | 3,5 | 0,1 |
| 1,1 | — | 0,1 | 8,8 | 0,02 |
| — | 4,4 | 0,1 | 5,5 | 0,01 |

# АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ФУРАЖА

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Холинэстераза | А. о., ящ. 42, яч. 6 |
| Бутирилхолинйодид | А. о., ящ. 40, яч. 5—7 |
| Эфир петролейный | А. о., ящ. 30, яч. 1—13 |
| Ацетонитрил | П. о., ящ. 85, яч. 1—10 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Хлороформ | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |

| | |
|---|---|
| Кислота трихлоруксусная . . . . . | А. о., ящ. 43, яч. 7 и 8 |
| Цинк металлический . . . . . | А. о., ящ. 48, яч. 15 |
| Реактив № 7 . . . . . | См. гл. 12 |
| Медь сернокислая . . . . . | А. о., ящ. 52, яч. 30 |

## Определение фосфорорганических отравляющих веществ

Предварительно экстрагируют ОВ из продуктов петролейным эфиром (см. гл. 5). 5 мл полученного эфирного экстракта переносят в пробирку с притертой пробкой, туда же приливают 1,5 мл раствора холинэстеразы (см. гл. 12) и 3 мл дистиллированной воды. Содержимое пробирки тщательно перемешивают и выдерживают в течение 10 мин при температуре 20—40° С (при периодическом перемешивании через каждые 2 мин). Через 10 мин раствор холинэстеразы отделяют пипеткой и помещают в чистую пробирку.

В колориметрические пробирки вносят растворы, как указано в табл. 5, прибавляют по 0,5 мл раствора бутирилхолинйодида (см. гл. 12) и наблюдают за изменением окраски растворов.

Таблица 5

**Состав реакционных смесей при определении фосфорорганических отравляющих веществ в пищевых продуктах**

| Номер пробирки | Содержимое пробирок | Количество реактивов, мл | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Раствор холинэстеразы после контакта с зараженным экстрактом | Раствор холинэстеразы (см. гл. 12) | Дистиллированная вода | Раствор бутирилхолинйодида (см. гл. 12) |
| 1 | Стандарт (см. гл. 12) | — | — | — | — |
| 2 | Контроль | — | 0,5 | 1 | 0,5 |
| 3 | Опытная проба | 1,5 | — | — | 0,5 |

Примечание. При наличии незараженного продукта того же вида получают его **эфирный** экстракт. Экстракт обрабатывают раствором холинэстеразы, последний используют в качестве контроля.

По результатам анализа рассчитывают степень угнетения активности холинэстеразы $J$ (%):

$$J = 100 - \frac{\tau_к}{\tau_{оп}} 100.$$

Используя табл. 6, рассчитывают концентрацию ОВ в анализируемом растворе.

Если при анализе степень угнетения активности холинэстеразы превышает 70%, анализируемый экстракт разбавляют незаражен-

Таблица 6

**Концентрация ФОВ в петролейном эфире при различной степени угнетения активности холинэстеразы**

| Степень угнетения активности холинэстеразы, % | Концентрация ФОВ в петролейном эфире, мг/мл | | |
|---|---|---|---|
| | зарина | зомана | VX |
| 20 | $4{,}5 \cdot 10^{-7}$ | $2{,}5 \cdot 10^{-6}$ | $8{,}5 \cdot 10^{-7}$ |
| 30 | $7{,}5 \cdot 10^{-7}$ | $4{,}5 \cdot 10^{-6}$ | $2{,}5 \cdot 10^{-6}$ |
| 40 | $1 \cdot 10^{-6}$ | $7{,}5 \cdot 10^{-6}$ | $3{,}3 \cdot 10^{-6}$ |
| 50 | $1{,}4 \cdot 10^{-6}$ | $1{,}2 \cdot 10^{-5}$ | $5 \cdot 10^{-6}$ |
| 60 | $2 \cdot 10^{-6}$ | $1{,}8 \cdot 10^{-5}$ | $7{,}5 \cdot 10^{-6}$ |
| 70 | $3 \cdot 10^{-6}$ | $2 \cdot 10^{-5}$ | $1 \cdot 10^{-5}$ |

Примечание. Определение концентрации ФОВ при других значениях степени угнетения активности холинэстеразы проводят путем интерполяции.

ным петролейным эфиром в 10 раз и более в зависимости от ожидаемой концентрации ОВ и анализ повторяют.

Зараженность продуктов $Б$ (мг/кг) рассчитывают по формуле

$$Б = \frac{CnV_1}{mK} 1000,$$

где $C$ — концентрация ОВ в анализируемом эфирном экстракте, определяемая по табл. 5 и 6, мг/мл;

$n$ — коэффициент, учитывающий разбавление экстракта ($n=1$ — для неразбавленного экстракта, $n=10$ — для разбавленного экстракта в 10 раз и т. д.);

$V_1$ — количество растворителя, пошедшее на экстрагирование ОВ из продукта, мл;

$m$ — масса исследуемой пробы, подвергшаяся экстрагированию растворителем, г;

$K$ — поправочный коэффициент, учитывающий степень извлечения ФОВ из различных продуктов по принятой методике (приложение 8, табл. 1).

## Определение ипритов

Предварительно проводят экстракцию ОВ из продуктов петролейным эфиром (см. гл. 5). В колбу с обратным холодильником помещают 10 мл эфирного экстракта, приливают 10 мл реактива № 7 (см. гл. 12) и далее анализ проводят так же, как и при количественном определении иприта.

При анализе жиров и продуктов, содержащих большое количество жира, извлечение производят ацетонитрилом. Полученный экстракт упаривают на водяной бане до объема 5 мл и остаток обрабатывают 5 мл петролейного эфира. После тщательного перемешивания и расслоения жидкостей эфирный (верхний) слой отделяют. К оставшемуся ацетонитрильному экстракту приливают

5 мл реактива на иприт и анализ проводят так же, как и при количественном определении иприта.

Зараженность продуктов $Б$ (мг/кг) рассчитывают по формуле

$$Б = \frac{CV_1}{mK} 1000,$$

где $C$ — концентрация ОВ в колориметрируемом растворе, определяемая по градуировочному графику (рис. 9);

$V_1$ — объем растворителя, взятого для экстракции ОВ из продукта, мл;

$m$ — масса продукта, подвергшаяся экстрагированию, г;

$K$ — коэффициент, учитывающий степень извлечения ипритов из различных продуктов по принятой методике (приложение 8, табл. 2).

### Определение отравляющего вещества BZ

Предварительно производят экстракцию ОВ из обследуемого продукта хлороформом и реэкстракцию в 0,005 н. раствор соляной кислоты (см. гл. 5). Весь объем полученного реэкстракта помещают в фарфоровую чашку и выпаривают на электрической плитке досуха. Далее анализ проводят так же, как и при количественном определении вещества BZ.

При анализе некоторых продуктов (крупы гречневой, мяса, рыбы) извлечение ОВ производят следующим образом. В колбу к 10 (50) г измельченного продукта вносят 120 (600) мл дистиллированной воды, подкисленной до pH=2—2,5. Содержимое колбы перемешивают и оставляют стоять в течение 1 ч. Затем воду декантируют и фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат переносят в делительную воронку, прибавляют 15 мл хлороформа и смесь перемешивают в течение 5 мин, затем хлороформенный раствор отделяют. Обработку воды в воронке свежей порцией хлороформа повторяют еще дважды. Затем воду в воронке подщелачивают 25% водным раствором аммиака до pH=10, приливают 15 мл хлороформа и смесь перемешивают в течение 5 мин. После отделения хлороформенного слоя обработку воды новыми порциями хлороформа повторяют еще дважды. Все хлороформенные вытяжки объединяют, переносят в фарфоровую чашку и на водяной бане испаряют досуха. Далее анализ проводят так же, как и при количественном определении вещества BZ.

При анализе молока и жирных молочных продуктов зараженность ОВ BZ определяют следующим образом. В колбу к 100 мл молока приливают 1 мл уксусной кислоты и смесь перемешивают до створаживания молока. Затем приливают 200 мл 5% раствора трихлоруксусной кислоты и смесь вновь тщательно перемешивают в течение 3—5 мин, после чего содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. Фильтр с осадком переносят в другую колбу, приливают 100 мл 5% раствора реактива № 16, перемешивают в течение 3—5 мин и фильтруют. Оба фильтрата объединяют, под-

щелачивают до pH=10 и переносят в делительную воронку, куда приливают 20 мл хлороформа. После перемешивания в течение 5 мин и отслаивания жидкостей хлороформ отделяют. Оставшийся в воронке фильтрат еще дважды обрабатывают хлороформом. Хлороформенные вытяжки объединяют и в фарфоровой чашке выпаривают досуха. Далее анализ проводят так же, как и при количественном определении вещества BZ.

Зараженность продуктов *Б* (мг/кг) рассчитывают по формуле

$$Б = \frac{C \cdot 6}{mK} 1000,$$

где *C* — концентрация ОВ в колориметрируемом растворе, определенная по градуировочному графику (рис. 10), мг/мл;
6 — суммарный объем уксусной кислоты и реактива, взятых для растворения сухого остатка в чашке, мл;
*m* — масса пробы, взятая для экстрагирования, г;
*K* — поправочный коэффициент, учитывающий степень извлечения вещества BZ из различных продуктов.

Значения коэффициента *K* при извлечении ОВ хлороформом приведены в приложении 8, табл. 3. При извлечении ОВ подкисленной водой *K*=0,25—0,3.

### Определение мышьяксодержащих отравляющих веществ

Предварительно навеску исследуемого продукта подвергают сжиганию (см. гл. 5). Весь объем раствора, полученного при минерализации, помещают в колбу прибора для определения мышьяка (см. рис. 8), прибавляют кристаллик сернокислой меди, три-четыре гранулы цинка. Колбу закрывают снаряженной насадкой и анализ продолжают так же, как и при количественном определении мышьяксодержащих ОВ.

Зараженность продуктов *Б* (мг/кг) по мышьяку рассчитывают по формуле

$$Б = \frac{C \cdot 1000}{m},$$

где *C* — содержание мышьяка во всем объеме минерализата, определенное по эталону, мг;
*m* — масса исследуемого продукта, взятая для сжигания, г.

При количественном определении люизита значение *Б* умножают на коэффициент 2,7.

Приведенные методики количественного определения ОВ могут быть использованы и для установления зараженности грунта, поверхности вооружения и военной техники и других предметов.

## Глава 7

# ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ПРОБ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

Оборудование автолаборатории обеспечивает проведение исследований по определению некоторых физических свойств и элементного состава проб ОВ, взятых из различных оболочек. Наличие этих сведений в совокупности с другими данными (результатами войсковой химической разведки, клинико-токсикологического анализа случаев поражения и др.) повышает достоверность результатов анализа и может облегчить установление факта применения противником новых ОВ.

Для проведения таких исследований необходимо иметь достаточное (несколько граммов) количество анализируемого вещества.

В целях получения более точных сведений о физических свойствах вещества, а также о его элементном составе необходимо иметь химически чистый продукт; оболочки же, как правило, снаряжаются техническими веществами, содержащими ряд примесей. Поэтому перед обследованием пробы вещества необходимо провести его очистку путем перегонки или перекристаллизацией. Основные физико-химические характеристики ОВ и их токсические свойства приведены в приложениях 1 и 2.

## ОЧИСТКА ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ ПЕРЕГОНКОЙ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Установка для вакуумной перегонки | А. о., ящ. 36, яч. 1—14, 17 и 18 |
| Вакуумметр ртутный . . . . . | А. о., ящ. 24, яч. 1 |
| Вакуум-насос . . . . . | А. о., под вытяжным шкафом |
| Колонка поглотительная . . . . . | А. о., ящ. 27, яч. 5 и 8 |
| Кран соединительный стеклянный трехходовой . . . . . | А. о., ящ. 3, яч. 12 и 13 |
| Зажим винтовой или пружинный для резиновых трубок . . . . . | А. о., ящ. 47, яч. 11 |
| Трубка резиновая вакуумная . . . | А. о., ящ. 24, яч. 3 |
| Трубка резиновая . . . . . | А. о., ящ. 24, яч. 3 |
| Штативы лабораторные . . . . . | А. о., ящ. 8, яч. 9 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С . . . . | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Баня комбинированная . . . . . | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |

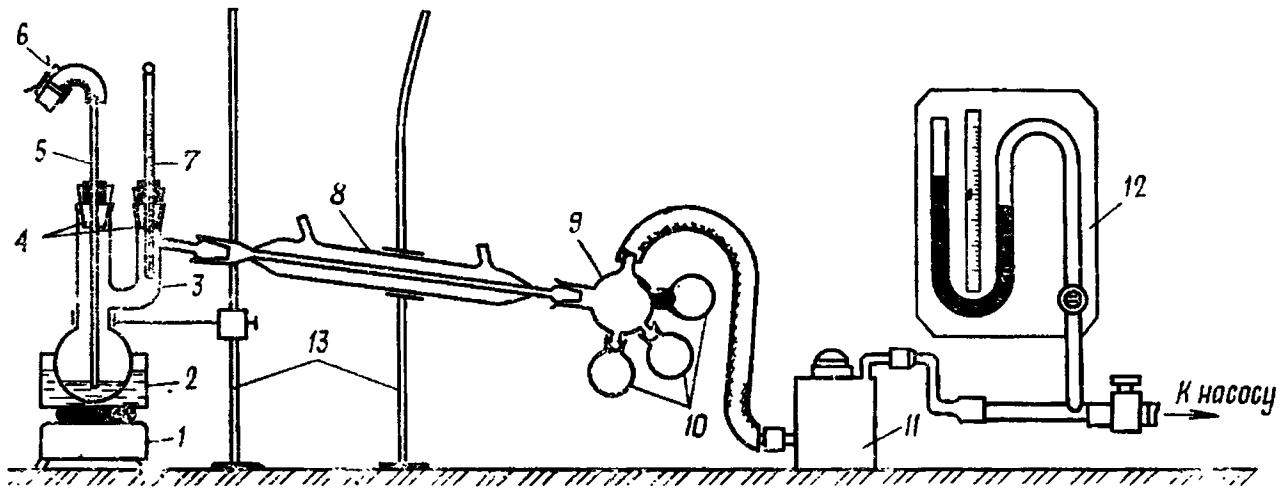



**Рис. 11.** Установка для вакуумной перегонки:

*1* — электроплитка; *2* — баня; *3* — колба двугорлая; *4* — вставки; *5* — капилляр; *6* — зажим Мора; *7* — термометр; *8* — холодильник; *9* — паук; *10* — приемные колбы; *11* — поглотительная колонка; *12* — вакуумметр; *13* — штативы

Перегонку ОВ проводят на установке, показанной на рис. 11. Для предохранения насоса от попадания в него паров ОВ служат поглотительные колонки, наполненные активированным углем и едким натром.

Собранную установку проверяют на герметичность. Для этого зажимом на капилляре закрывают доступ воздуха в перегонную колбу, открывают кран вакуумметра, включают вакуум-насос и следят за показаниями. После достижения разрежения 7 мм рт. ст. кран на вакуум-линии перекрывают и выключают насос.

При герметично собранной установке не должно наблюдаться изменения положения мениска ртути в трубке вакуумметра в течение 5 мин, в противном случае необходимо тщательно проверить все соединения установки.

После проверки герметичности перегонную колбу наполняют исследуемым веществом не более чем на 1/2, закрывают и при открытом кране вакуумметра включают вакуум-насос, регулируют зажимом на капилляре прохождение воздуха так, чтобы через слой перегоняемой жидкости проходила непрерывная цепь мельчайших пузырьков воздуха; включают электрическую плитку.

Перегонку проводят с постоянной скоростью, не допуская бурного кипения жидкости. Если после частичного отгона температура кипения жидкости повысится, то отбор следующей фракции производят в другой приемник.

Показания термометра, полученные при отгоне первой и последующих фракций, записывают в журнал. Очищенные фракции используют для анализа.

## ОЧИСТКА ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЕЙ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Бензол | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Эфир петролейный | А. о., ящ. 30, яч. 1—13 |
| Бензин Б-70 | А. о., ящ. 30, яч. 14—18 |
| Ацетонитрил | П. о., ящ. 85, яч. 1—10 |
| Дихлорэтан | А. о., ящ. 52, яч. 26 |
| Хлороформ | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Метанол-яд | А. о., ящ. 51, яч. 6 |
| Ацетон | А. о., ящ. 21, яч. 1—5 |
| Углерод четыреххлористый | А. о., ящ. 23, яч. 2 |
| Эфир медицинский | А. о., ящ. 42, яч. 4 и 5 |
| Лопатка стеклянная | А. о., ящ. 51, яч. 5 |
| Березовый активированный уголь БАУ | А. о., ящ. 43, яч. 1 и 13 |
| Пробирки | А. о., ящ. 39, яч. 1—50, яч. 117—166 |
| Воронка Бюхнера | А. о., ящ. 38, яч. 1 и 2 |
| Бумага фильтровальная | А. о., ящ. 9, яч. 2; П. о., ящ. 81, яч. 2 |
| Трубка стеклянная | А. о., ящ. 47, яч. 2 |

Перекристаллизация применима для очистки твердых веществ. Вначале выбирают необходимый растворитель. Для этого неболь-

шое количество исследуемого вещества (100—500 мг) вносят в пробирку, прибавляют к нему 0,5—1 мл нагретого до кипения растворителя (спирта, бензола, ацетона, петролейного эфира и др.), стремясь получить насыщенный раствор, а затем пробирку охлаждают и, если при этом выпадает обильный осадок, выбор растворителя считают законченным. Затем к этому же раствору добавляют 10 мл растворителя, нагревают смесь до кипения и прибавляют исследуемое вещество до получения насыщенного раствора. Прибавляют небольшое количество (на кончике стеклянной лопатки) березового активированного угля БАУ. Пробирку закрывают пробкой со вставленной стеклянной трубкой высотой 50—60 см. Содержимое пробирки кипятят на водяной или песочной бане в течение 10 мин. После кипячения раствор фильтруют в горячем состоянии через фильтр в чистую пробирку. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, а затем сушат на листе фильтровальной бумаги в вытяжном шкафу.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

### Определение температуры кипения жидких веществ

#### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Колба круглодонная для перегонки вместимостью 100 мл | А. о., ящ. 49, яч. 5 и 6 |
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Спиртовка стеклянная | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12; П. о., ящ. 63, яч. 1 и 2 |
| Пробки резиновые | А. о., ящ. 47, яч. 8 |
| Сверла | А. о., ящ. 47, яч. 11 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Фарфор пористый | А. о., ящ. 41, яч. 18 |
| Стакан высокий вместимостью 600 мл | А. о., ящ. 39, яч. 62 и 63 |
| Капилляр стеклянный | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Лампа подогрева | В ящике ЗИП бензоагрегата |

Определять температуру кипения можно двумя способами.

Первый способ. Температуру кипения регистрируют при перегонке вещества с указанием остаточного давления, если перегонка проводилась под вакуумом.

Для веществ, кипящих (без разложения) при атмосферном давлении, температуру кипения определяют, используя установку, изображенную на рис. 12.

В колбу вносят два кусочка пористого фарфора или стеклянные капилляры, запаенные с одного конца (незапаенным концом вниз), и заполняют колбу на 1/2 или 1/3 исследуемой жидкостью. Колбу закрывают, а отводную трубку вставляют в пробирку-приемник, погруженную в стакан с холодной водой или охлаждающей смесью. После этого колбу с содержимым нагревают до кипения

жидкости и фиксируют температуру кипения по показаниям термометра.

Второй способ. При наличии небольших количеств исследуемого вещества температуру его кипения определяют микрометодом. Изготавливают капилляр длиной 8—9 см и диаметром отверстия примерно 1 мм; один конец вытягивают в еще более тонкий капилляр длиной 1,5—2 см. Вытянутый конец капилляра погружают в исследуемую жидкость и дают ей подняться по капилляру. Затем тонкий конец капилляра запаивают на пламени горелки, при этом в капилляре остается небольшой пузырек воздуха. Капилляр с жидкостью прикрепляют резиновым кольцом к термометру так, чтобы нижний (вытянутый) конец его находился на уровне шарика термометра. Термометр с капилляром помещают в прибор для определения температуры плавления. Капилляр с жидкостью не должен касаться ни дна, ни стенок стакана (пробирки), а широкий конец его должен находиться выше уровня жидкости в стакане (пробирке) на 2—4 см. В период нагревания жидкости в стакане (пробирке) следят за положением исследуемого вещества в капилляре. После того как слой вещества из узкой части капилляра переместится в широкую его часть, нагрев ослабляют и жидкость в стакане (пробирке) начинают перемешивать интенсивнее. При дальнейшем осторожном нагревании слой исследуемого вещества в капилляре будет постепенно подниматься и наконец достигнет своим верхним мениском уровня жидкости в стакане (пробирке). В этот момент фиксируют показания термометра и записывают их в журнал. После охлаждения жидкости определение повторяют 3 раза. Среднее арифметическое из полученных показаний является температурой кипения исследуемого вещества.

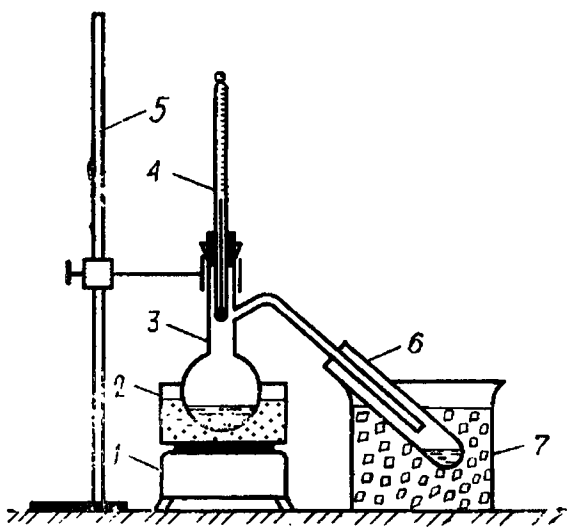



**Рис. 12.** Установка для определения температуры кипения:

*1* — электроплитка; *2* — баня; *3* — колба для перегонки; *4* — термометр; *5* — штатив; *6* — пробирка-приемник; *7* — стакан с охлаждающей жидкостью

## Определение температуры плавления

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Прибор для определения температуры плавления | А. о., ящ. 18, яч. 4 |
| Капилляр стеклянный | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Кольцо резиновое | А. о., ящ. 47, яч. 1 |
| Эксикатор с краном (вакуумный) | А. о., ящ. 23, яч. 4 |
| Ступка лабораторная фарфоровая | А. о., ящ. 37, яч. 26 |
| Трубка стеклянная | А. о., ящ. 37, яч. 21—25 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 360° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Спиртовка стеклянная | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12 |
| Лупа лабораторная | А. о., ящ. 10, яч. 12 и 18 |

Исследуемое вещество растирают в ступке и высушивают в вакуум-эксикаторе. Капилляр должен быть тонкостенным с внутренним диаметром 0,75—1 мм и длиной 60—80 мм, с запаянным одним концом. Определение температуры плавления производят в такой последовательности. В капилляр вносят порошкообразное исследуемое вещество так, чтобы слой у запаянного конца был высотой 2—3 мм. Для уплотнения вещества капилляр несколько раз бросают запаянным концом вниз по стеклянной трубке длиной 50 см, установленной вертикально на стеклянной пластинке.

Капилляр с исследуемым веществом прикрепляют резиновым кольцом к термометру так, чтобы запаянный конец его со слоем вещества находился на уровне ртутного шарика термометра. В прибор для определения температуры плавления наливают серную кислоту или глицерин и вставляют термометр с прикрепленным к нему капилляром так, чтобы ртутный шарик его был погружен в жидкость. Нагревают боковую трубку прибора на спиртовке или горелке; при этом температура жидкости должна повышаться со скоростью 1—2° С в минуту. Непрерывно следят с помощью лупы за состоянием вещества в капилляре и за показаниями термометра. Отмечают температуру начала плавления кристаллов исследуемого вещества и записывают ее в журнал. За температуру плавления принимают среднее арифметическое значение трех последовательно проведенных анализов.

## Определение температуры замерзания

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Прибор для определения температуры замерзания | А. о., ящ. 13, яч. 8 |
| Термометр стеклянный жидкостный со шкалой от минус 90° С до плюс 20° С или набор лабораторных термометров 3-Б1-8 | А. о., ящ. 28, яч. 7 |
| Стакан высокий | А. о., ящ. 39, яч. 62—66 |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Чашка фарфоровая | А. о., ящ. 18, яч. 5 |
| Ацетон | А. о., ящ. 21, яч. 1—5 |

Во внутреннюю пробирку прибора для определения температуры замерзания (рис. 13) вносят 3—4 мл исследуемой жидкости. В пробирку с жидкостью погружают термометр с удлиненной ножкой; при этом шарик термометра должен находиться в центре объема жидкости.

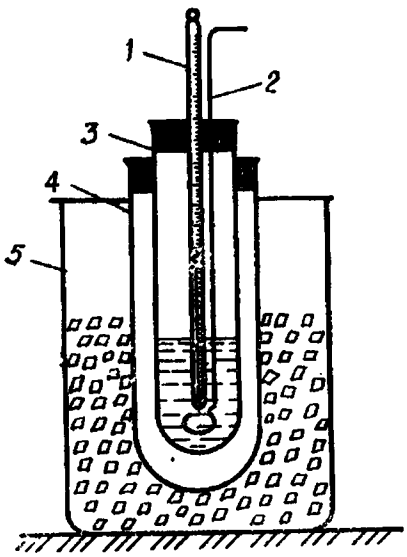



**Рис. 13.** Прибор для определения температуры замерзания:
*1* — термометр; *2* — мешалка; *3* — пробирка внутренняя; *4* — пробирка наружная; *5* — стакан с охлаждающей смесью

Производят определение приближенной температуры замерзания. Для этого внутреннюю пробирку с жидкостью и со вставленным в нее термометром помещают в охлаждающую смесь (твердую углекислоту и спирт или ацетон).

Помешивая жидкость мешалкой, наблюдают за показаниями термометра. Вследствие переохлаждения температура жидкости, как правило, снижается ниже точки замерзания. В момент начала кристаллизации в результате выделения теплоты кристаллизации температура жидкости станет подниматься. По термометру отсчитывают максимальную температуру и принимают ее за приближенную температуру замерзания. После этого выделившиеся кристаллы расплавляют, вынимая внутреннюю пробирку из охлаждающей смеси, затем ее вновь вставляют в наружную. Снаряженный прибор вновь помещают в охлаждающую смесь, постоянно перемешивая исследуемую жидкость мешалкой, до установления температуры примерно на 0,5° С выше ранее найденной приближенной и отмечают максимальную температуру, которую и фиксируют как температуру замерзания исследуемой жидкости.

## Определение относительной плотности вещества

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Пикнометр | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл | А. о., ящ. 22, яч. 2 |
| Капилляр стеклянный | А. о., ящ. 10, яч. 13 |

| | |
|---|---|
| Фильтровальная бумага | А. о., ящ. 9, яч. 2 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Ареометр общего назначения | А. о., ящ. 17, яч. 3 |
| Стакан вместимостью 600 мл | А. о., ящ. 39, яч. 62—66 |
| Дистиллятор | П. о., на правом борту кузова |

Плотность вещества можно определять двумя способами.

Первый способ. Берут пикнометр вместимостью 5 мл и взвешивают на весах. Пикнометр заполняют дистиллированной водой до метки и выдерживают в течение 10 мин в водяной бане при температуре 20° С. Воду в пикнометре все время уравнивают до метки с помощью капилляра или листочков фильтровальной бумаги. Пикнометр вынимают из бани, протирают фильтровальной бумагой и взвешивают на весах. Массы пустого и заполненного водой пикнометра записывают в журнал.

После взвешивания пикнометр освобождают от воды, высушивают в сушильном шкафу, наполняют до метки исследуемой жидкостью. Пикнометр с жидкостью выдерживают в течение 10 мин в водяной бане при 20° С, протирают фильтровальной бумагой и взвешивают на весах.

Относительную плотность $d$ вещества определяют по формуле

$$d = \frac{P_1 - P}{P_2 - P},$$

где $P_1$ — масса пикнометра с исследуемой жидкостью, кг;

$P$ — масса пустого пикнометра, кг;

$P_2$ — масса пикнометра с водой, кг.

Второй способ. Определение относительной плотности с помощью ареометра проводят в том случае, когда имеется для этого достаточное количество исследуемой жидкости.

В стеклянный цилиндр или стакан вместимостью 600 мл наливают исследуемую жидкость, предварительно доведенную до температуры 20° С. Уровень жидкости в цилиндре должен быть на 3—4 см ниже края цилиндра. Осторожно погружают ареометр в жидкость, не выпуская его из рук до тех пор, пока не станет очевидным, что он плавает (ареометр должен находиться в цилиндре, не касаясь его стенок). Деление шкалы ареометра, находящееся в одной плоскости с мениском жидкости, указывает ее плотность.

## Определение растворимости

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Колбы | А. о., ящ. 45, яч. 5 и 8; А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6 |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл | А. о., ящ. 22, яч. 2 |

| | |
|---|---|
| Воронка стеклянная диаметром 75 мм | А о., ящ. 38, яч. 3—5; П. о., ящ. 64, яч. 1 и 2 |
| Часовое стекло (чашка Петри) . . . | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Фильтры обеззоленные . . . . . | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Бензол . . . . . | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Бензин Б-70 . . . . . | П. о., ящ. 60, яч. 2 |
| Ацетон . . . . . | А. о., ящ. 21, яч. 1—5 |
| Дихлорэтан . . . . . | А. о., ящ. 52, яч. 26 |

Исследуемое вещество проверяют на растворимость в воде и органических растворителях (спирте, бензоле, бензине, ацетоне, дихлорэтане и др.).

Для установления растворимости берут пробирку, вносят в нее приблизительно 10—50 мг исследуемого вещества и 2—3 мл растворителя. При интенсивном перемешивании следят за растворением вещества; если вещество растворяется плохо, пробирку нагревают на водяной бане и следят за растворением. Если заметного растворения не происходит, то выясняют, не растворяется ли вещество частично. Для этого растворитель отделяют от вещества фильтрованием через бумажный фильтр и фильтрат испаряют на часовом стекле (в чашке Петри). Наличие сухого остатка или налета на стекле служит признаком частичной растворимости исследуемого вещества.

Признаком растворимости жидкого вещества является отсутствие отдельных слоев жидкостей и эмульсий. Полученные при исследовании растворимости растворы сохраняют и используют при последующем обследовании вещества.

## КАЧЕСТВЕННЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

### Проба на органические вещества

#### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Шпатель фарфоровый . . . . . | А. о., ящ. 37, яч. 1 и 2 |
| Спиртовка стеклянная . . . . . | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12 |
| Очки защитные . . . . . | А. о., ящ. 52, яч. 27 и 29; П. о., ящ. 75, яч. 6 |
| Капилляр стеклянный . . . . . | А. о., ящ. 10, яч. 13 |

Предварительно перед проведением элементного анализа проводят пробу на органические вещества. Для этой цели берут (в вытяжном шкафу) на металлический или фарфоровый шпатель каплю жидкого или несколько кристаллов твердого исследуемого вещества и нагревают на пламени спиртовки (работу проводят в защитных очках). При нагревании вещества могут наблюдаться следующие превращения: вещество чернеет и полностью сгорает — органическое соединение; вещество не сгорает и не чернеет — неорганическое вещество; вещество чернеет, но сгорает не полностью — смесь органического и неорганического веществ (металлоорганические соединения, соли органических кислот).

Если исследуемое вещество легколетучая жидкость, то его необходимо отобрать с помощью стеклянного капилляра, а затем ввести в зону пламени спиртовки.

## Определение углерода и водорода

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6; ящ. 39, яч. 67—116 |
| Спиртовка стеклянная | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Трубка дугообразная | А. о., ящ. 39, яч. 57—59 |
| Трубка стеклянная | А. о., ящ. 37, яч. 21—25 |
| Пробки резиновые | А. о., ящ. 47, яч. 8 |
| Сверла | А. о., ящ. 47, яч. 11 |
| Тигель | А. о., ящ. 38, яч. 14 |
| Палочка стеклянная с платиновым стержнем | А. о., ящ. 39, яч. 167 |
| Медь окись | А. о., ящ. 40, яч. 41 |
| Медь сернокислая | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Калий марганцовокислый 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 7 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Кальция окись | А. о., ящ. 43, яч. 5 |

Определение углерода и водорода в исследуемом веществе проводят для подтверждения органического характера пробы. Для этого собирают прибор (рис. 14). В пробирку *2* прибора вносят 2—

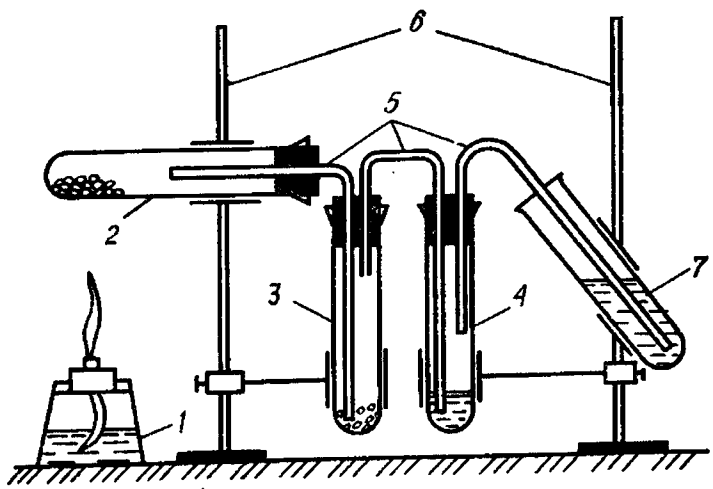



**Рис. 14.** Прибор для определения углерода и водорода:

*1* — спиртовка; *2* — пробирка с исследуемым веществом и окисью меди; *3* — пробирка с прокаленной сернокислой медью; *4* — пробирка с раствором марганцовокислого калия; *5* — стеклянные трубки; *6* — штативы; *7* — пробирка с известковой водой

3 г прокаленной порошкообразной окиси меди и несколько капель жидкого или 30—50 мг твердого исследуемого вещества. Смесь тщательно перемешивают платиновой проволокой. В пробирку *3* вносят около 1 г безводной (бесцветной) сернокислой ме-

ди. В пробирку *4* наливают 5 мл 0,1 н. водного раствора марганцовокислого калия, подкисленного одной каплей концентрированной серной кислоты. В пробирку *7* наливают 5—7 мл свежеприготовленной известковой воды (насыщенный водный раствор окиси кальция). Раствор должен быть бесцветным. После сборки прибора пробирку *2* со смесью исследуемого вещества и окиси меди нагревают на пламени спиртовки или бензиновой горелки. При нагревании смеси углерод и водород, содержащиеся в веществе, сгорают за счет кислорода окиси меди до углекислого газа и воды. Водяные пары поглощаются безводной сернокислой медью, вызывая ее посинение; углекислый газ вызывает помутнение известковой воды. Раствор перманганата калия предназначен для окисления сернистого ангидрида, образующегося при сгорании серосодержащего вещества, до серной и дитионовой кислот.

## Определение серы, азота и галоидов

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6; ящ. 13, яч. 8; ящ. 39, яч. 67—116 |
| Спиртовка стеклянная | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12 |
| Стакан | А. о., ящ. 11, яч. 11—15 |
| Палочка стеклянная | А. о., ящ. 47, яч. 3; П. о., ящ. 77, яч. 11—13 |
| **Пинцет** | **А. о., ящ. 14, яч. 5; П. о., ящ. 78, яч. 16** |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Воронка стеклянная диаметром 75 мм | П. о., ящ. 64, яч. 1 и 2; А. о., ящ. 38, яч. 3—5 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Чашка фарфоровая | А. о., ящ. 38, яч. 5 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Бумага фильтровальная | А. о., ящ. 9, яч. 2; П. о., ящ. 81, яч. 2 |
| Колбы | А. о., ящ. 45, яч. 5—8; ящ. 11, яч. 30—34 |
| Вата стеклянная | А. о., ящ. 38, яч.14 |
| Тигель | А. о., ящ. 38, яч. 14 |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Натрий металлический | А. о., ящ. 43, яч. 17 и 18 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Пыль цинковая | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Свинец уксуснокислый | А. о., ящ. 41. яч. 14 |
| Лакмус | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Натрий нитропруссидный | А. о., ящ. 40, яч. 47 |
| Железо сернокислое | А. о., ящ. 41, яч. 6 |
| Натрий фтористый | А. о., ящ. 41, яч. 9 |
| Железо трехххлористое 6-водное | А. о., ящ. 40, яч. 24 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Кислота азотная | А. о., ящ. 5, яч. 2 |
| Серебро азотнокислое | А. о., ящ. 41, яч. 15 |
| Калий двухромовокислый | А. о., ящ. 41, яч. 21 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Дифенилкарбазид | А. о., ящ. 40, яч. 14 |

| | |
|---|---|
| Аммиак водный | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Калий железосинеродистый | А. о., ящ. 40, яч. 27 |
| Натрий азотнокислый | А. о., ящ. 40, яч. 44 |
| Крахмал | А. о., ящ. 48, яч. 7 |
| Калий углекислый (натрий углекислый) | А. о., ящ. 41, яч. 8 |
| Натрий перекись | А. о., ящ. 43, яч. 16 |
| Натрий сернокислый пиро (метабисульфит) | А. о., ящ. 40, яч. 45 |
| Реактив № 4 | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Фосфорно-молибденовая кислота | А. о., ящ. 40, яч. 34 |
| Фенол | А. о., ящ. 40, яч. 65 |
| Реактив на фтор | См. гл. 12 |

**Подготовка пробы.** Для определения серы, азота и галоидов предварительно проводят минерализацию исследуемого вещества путем его сплавления с металлическим натрием. Для этого в пробирку из термостойкого стекла вносят кусочек металлического натрия, очищенного от поверхностного слоя и керосина (парафинового масла), одну-две капли жидкого или 20—30 мг твердого исследуемого вещества. Пробирку с содержимым нагревают на пламени горелки, вначале осторожно до расплавления металлического натрия, а затем сильнее и, когда содержимое пробирки начинает обугливаться, доводят до темно-красного каления. Пробирку охлаждают на воздухе, прибавляют в нее небольшими порциями 1—2 мл этилового спирта для превращения оставшегося металлического натрия в этилат натрия и вновь нагревают до темно-красного каления. Пробирку (не давая ей охладиться) быстро погружают в небольшой стакан, содержащий 10—15 мл дистиллированной воды. Пробирка при этом растрескивается. Осторожно стеклянной палочкой или пинцетом разбивают растрескавшуюся пробирку и ее содержимое при перемешивании растворяют в воде. Раствор нагревают до кипения и в горячем состоянии фильтруют через бумажный фильтр. Полученный бесцветный раствор используют для качественного определения серы, азота и галоидов.

Если при нагревании пробирки с металлическим натрием реакция будет проходить очень бурно, то нагревание прекращают и минерализацию вещества проводят в такой последовательности.

В фарфоровую чашку берут приблизительно 0,5 г исследуемого вещества, прибавляют к нему 5 мл ледяной уксусной кислоты и 0,5 г цинковой пыли. Смесь нагревают до кипения и после растворения большей части цинковой пыли упаривают на электроплитке досуха. Сухой остаток переносят в пробирку и сплавляют с металлическим натрием.

**Качественное определение серы** можно проводить двумя способами.

Первый способ. В пробирку наливают 1 мл водного раствора (фильтрата), полученного после минерализации исследуемого вещества, подкисляют ледяной уксусной кислотой до кислой реакции по лакмусовой бумажке и прибавляют четыре-пять капель 10% водного раствора уксусно-кислого свинца. Появление черного осадка сернистого свинца указывает на присутствие серы.

Второй способ. В пробирку наливают 1 мл водного ра-

створа (фильтрата) и прибавляют две-три капли 1% водного раствора нитропруссида натрия. Появление красно-фиолетового окрашивания указывает на присутствие сульфида натрия, а следовательно, и серы.

**Качественное определение азота.** В пробирку наливают 2—3 мл исследуемого щелочного водного раствора, прибавляют пять капель 5—10% водного раствора сернокислого железа и пять капель 20% водного раствора фтористого калия (натрия). Смесь нагревают и кипятят в течение 1 мин. Если ранее была обнаружена сера, то раствор отфильтровывают от осадка сульфида железа (железо сернистокислое). Смесь охлаждают, прибавляют одну каплю 5% водного раствора хлористого железа и подкисляют 25% серной или концентрированной соляной кислотой до растворения гидрата окиси железа.

Окрашивание раствора в сине-зеленый или синий цвет или выпадение синего осадка указывает на присутствие азота.

Выпавший осадок хорошо заметен на бумажном фильтре. Поэтому раствор после проведения реакции целесообразно профильтровать через небольшой бумажный фильтр и осадок промыть дистиллированной водой. Наличие на фильтре синего осадка или синее окрашивание фильтра указывает на присутствие азота в исследуемом веществе.

**Групповое определение галоидов**. Предварительно проводят групповую реакцию на галоиды (хлор, бром, йод). Для этого в пробирку наливают 1 мл исследуемого водного раствора, подкисляют концентрированной азотной кислотой до кислой реакции по лакмусовой бумажке и прибавляют две-три капли 1% водного раствора азотнокислого серебра. Появление белого или желтоватого творожистого осадка указывает на присутствие хлора, брома или йода.

Если в исследуемом растворе были предварительно обнаружены сера и азот, то 2—3 мл водного раствора, подкисленного азотной кислотой, выпаривают до 1/3 части взятого объема. Оставшийся раствор охлаждают, прибавляют одну каплю концентрированной азотной кислоты и две-три капли водного раствора азотнокислого серебра.

Появление белого или желтоватого творожистого осадка свидетельствует о присутствии хлора, брома или йода.

Дальнейшее определение хлора, брома и йода проводят в случае положительных результатов групповой реакции на эти галоиды.

**Определение фтора.** В пробирку наливают 0,5—1 мл реактива на фтор (см. гл. 12) и по каплям прибавляют 0,5 мл исследуемого водного раствора, предварительно подкисленного разбавленной (1 : 1) соляной кислотой до слабокислой реакции по универсальной индикаторной бумажке. Изменение малиновой окраски реактива на желтую указывает на присутствие фтора. Одновременно проводят контрольный анализ с использованием слабоподкисленной дистиллированной воды.

**Определение хлора.** Определение хлора можно проводить двумя способами.

Первый способ. В фарфоровую чашку наливают 2—3 мл исследуемого водного раствора и выпаривают его досуха. Чашку с сухим остатком охлаждают, вносят в нее 150—200 мг двухромовокислого калия, растертого в тонкий порошок, и 1—1,5 мл концентрированной серной кислоты. Чашку быстро накрывают стеклянной воронкой, в цилиндрическую часть которой предварительно помещают полоску фильтровальной бумаги (рис. 15), смоченную каплей 1% спиртового раствора дифенилкарбазида, приготовленного перед употреблением. Перед бумажкой помещают рыхлым слоем тампон из стеклянной ваты.

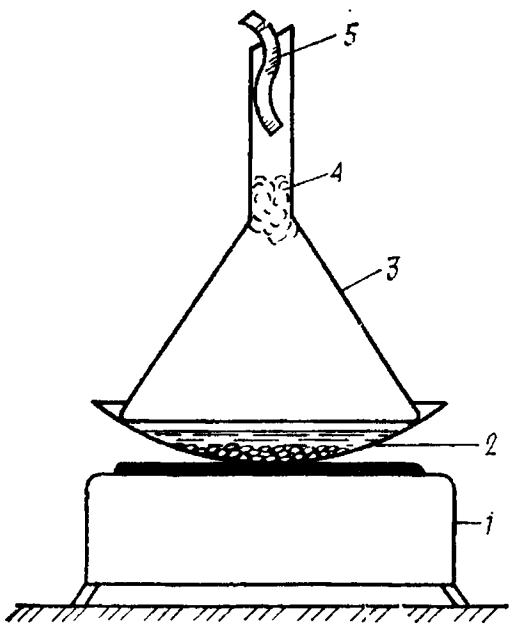



**Рис. 15.** Прибор для определения хлора:
*1* — электроплитка; *2* — фарфоровая чашка; *3* — воронка; *4* — стеклянная вата; *5* — индикаторная бумага

Содержимое чашки слегка подогревают. Окрашивание бумажки в фиолетовый цвет указывает на присутствие хлора или брома.

При введении в раствор дифенилкарбазида (перед пропиткой им бумажки) фенола из расчета получения 1% его раствора данный способ позволяет определить хлор в присутствии брома.

Второй способ. Реакционную смесь, полученную при обработке исследуемого водного раствора азотнокислым серебром, хорошо перемешивают и фильтруют через небольшой бумажный фильтр. Пробирку споласкивают небольшим количеством воды и фильтруют через тот же фильтр. Осадок на фильтре отмывают дистиллированной водой от осадка азотнокислого серебра. Полноту отмывки определяют путем добавления к фильтрату конечной отмывки одной-двух капель разбавленной (1 : 1) соляной кислоты. Отсутствие помутнения фильтрата свидетельствует о полноте отмывки. Осадок, оставшийся на фильтре, переносят в чистую пробирку, прибавляют к нему 0,5—1 мл дистиллированной воды, две-три капли 25% водного раствора аммиака, смесь перемешивают

стеклянной палочкой и фильтруют. К фильтрату прибавляют три-четыре капли водного 10% раствора железосинеродистого калия. В присутствии хлора образуется кристаллическая взвесь железосинеродистого серебра, окрашивающая раствор в оранжевый или темно-красный цвет. Бром и йод реакции не дают.

**Определение брома.** В пробирку прибора для определения мышьяка (см. рис. 8) наливают 2—3 мл исследуемого водного раствора, прибавляют около 1 г порошкообразного двухромовокислого калия и 1 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закрывают насадкой, снаряженной флуоресцеиновой бумажкой (см. гл. 12). Смесь нагревают до кипения и выдерживают при кипении 1—2 мин. Окрашивание бумажки в розовый цвет указывает на присутствие брома. Другие галоиды реакции не мешают.

**Определение йода.** В пробирку наливают 1—2 мл исследуемого водного раствора, подкисляют разбавленной (1 : 1) серной кислотой до кислой реакции по лакмусовой бумажке и прибавляют несколько кристаллов азотнокислого натрия. Появление бурого окрашивания раствора, переходящего в синее при добавлении нескольких капель водного раствора крахмала, указывает на присутствие йода.

## Определение фосфора, мышьяка и сурьмы

Для определения фосфора, мышьяка и сурьмы предварительно проводят минерализацию исследуемого вещества путем его сплавления с перекисью натрия. Для этого в никелевый тигель помещают в равных массовых количествах слой смеси крахмала и безводного углекислого калия или калия-натрия углекислого (высотой 3—4 мм). На смесь наносят две-три капли жидкого или 30—40 мг твердого исследуемого вещества и около 2 г перекиси натрия. Смесь тщательно перемешивают стеклянной лопаткой. Тигель с содержимым нагревают на небольшом пламени спиртовки до вспышки и плавления смеси. Тигель охлаждают, погружают в стакан с 10—15 мл дистиллированной воды и полученный раствор (не вынимая тигля) нагревают до кипения и полного растворения сплава. Раствор фильтруют и используют для определения фосфора, мышьяка и сурьмы.

**Определение фосфора.** В пробирку наливают 2 мл исследуемого водного раствора, подкисляют 15% раствором серной кислоты (по каплям) до слабокислой реакции по лакмусовой бумажке. Прибавляют 0,5 мл 5% водного раствора метабисульфита натрия и 0,2 мл 15% серной кислоты. Раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. После прогрева в пробирку прибавляют две-три капли водного бесцветного раствора реактива № 4, предварительно разбавленного в 10 раз водой, и содержимое пробирки вновь нагревают на кипящей бане в течение 30 мин. Окрашивание раствора в синий цвет указывает на присутствие фосфора. Мышьяк и сурьма реакции не мешают.

**Определение мышьяка.** Определение мышьяка проводят так же, как и при количественном определении мышьяка по мышьяковистому водороду. Сурьма дает аналогичный аналитический эффект.

**Определение сурьмы.** В пробирку наливают 1 мл исследуемого водного раствора, подкисляют соляной кислотой (разбавленной 1 : 1) до кислой реакции по лакмусовой бумажке и прибавляют 0,5 мл 5% водного раствора фосфорно-молибденовой кислоты. Полученный раствор слегка нагревают. Окрашивание раствора в синий цвет указывает на присутствие сурьмы.

Глава 8

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛНОТЫ ДЕГАЗАЦИИ ОБМУНДИРОВАНИЯ, КОНТРОЛЬ ОСТАТОЧНОЙ ЗАРАЖЕННОСТИ ВООРУЖЕНИЯ, ВОЕННОЙ ТЕХНИКИ И ПРЕДМЕТОВ МЕДИЦИНСКОГО ИМУЩЕСТВА

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6 |
| Колбы | А. о., ящ. 45, яч. 5—8; ящ. 48, яч. 8; ящ. 11, яч. 30—34 |
| Цилиндр | А .о., ящ. 13, яч. 1 и 9 |
| Воронка стеклянная | А. о., ящ. 38, яч. 3—5; П. о., ящ. 64, яч. 1 и 2 |
| Бязь отбельная | А. о., ящ. 27, яч. 1 |
| Камера объемом 2 м$^3$ | П. о. |
| Прибор химической разведки ПХР-МВ (МПХР) | А. о., на боковой стенке левого стола; П. о., на левом борту кузова |
| Трубка индикаторная ИТ-44 (ИТ-51) | А. о., ящ. 10, яч. 6 и 9; П. о., ящ. 65, яч. 2 и 3 |
| Термостат-компаратор | А. о., ящ. 45, яч. 1 и 2 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Ватно-марлевые тампоны | А. о., ящ. 32, яч. 7; П. о., ящ. 72, яч. 4 |
| Бензин Б-70 | А. о., ящ. 30, яч. 14—18; П. о., ящ. 60, яч. 2 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Тиосульфат натрия | А. о, ящ. 48, яч. 10 |
| Гидроксиламин солянокислый | А. о., ящ. 41, яч. 5 |

## КОНТРОЛЬ ПОЛНОТЫ ДЕГАЗАЦИИ ОБМУНДИРОВАНИЯ

Оценка полноты дегазации предметов вещевого имущества в случае их заражения ОВ типа VX, ипритом и люизитом осуществляется по остаточной зараженности материалов; при заражении ОВ типа зоман — по концентрации паров ОВ, десорбировавшегося с продегазированных предметов при нахождении в замкнутом объеме.

Для определения остаточной зараженности материалов проводят экстракцию ОВ растворителем из образцов размером 5×6 см

(берут один-два образца). Для экстракции ОВ из анализируемого образца последний разрезают на мелкие полосы, которые помещают в пробирки и заливают растворителем (экстрагентом) из расчета 1 мл растворителя на 1 см$^2$ образца. В качестве растворителя используют: для ОВ типа VX — дистиллированную воду, спирт; для иприта и люизита — бензин, спирт.

При определении остаточной зараженности материалов после дегазации их хлорактивными рецептурами для экстрагирования ОВ типа VX используют 1% водный раствор серноватистокислого натрия; для экстрагирования иприта и люизита — 0,1% спирто-водный (1 : 1) раствор солянокислого гидроксиламина.

В случае применения других дегазирующих рецептур для экстракции используются те же растворители, но с обязательной нейтрализацией дегазирующей рецептуры.

Полученный экстракт используют для определения в нем отравляющих веществ при количественном определении.

Для определения зараженности воздуха десорбирующимися из объектов парами ОВ типа зоман в герметичную камеру объемом 2 м$^3$ (могут быть использованы камеры дегазационной машины АГВ-3) развешивают шесть комплектов продегазированного обмундирования. Контроль воздуха в камере проводят с помощью трубки ИТ-44 (ИТ-51) через 2 ч после загрузки. Обмундирование считается продегазированным, если концентрация паров ОВ при температуре 20—25° С находится в режиме обнаружения малоопасных концентраций.

## КОНТРОЛЬ ОСТАТОЧНОЙ ЗАРАЖЕННОСТИ ВООРУЖЕНИЯ, ВОЕННОЙ ТЕХНИКИ И ПРЕДМЕТОВ МЕДИЦИНСКОГО ИМУЩЕСТВА

Оценка полноты дегазации объектов осуществляется в случае их заражения:

отравляющими веществами типа VX — по остаточной поверхностной зараженности и концентрации паров ОВ вблизи продегазированной поверхности;

ипритом, люизитом — по остаточной поверхностной зараженности;

отравляющими веществами типа зоман — по концентрации паров ОВ в воздухе вблизи продегазированной поверхности.

Поверхностные пробы отбирают в местах, с которыми чаще всего приходится соприкасаться в процессе эксплуатации исследуемого объекта.

Отбор проб проводят путем протирания контролируемого участка поверхности (площадью не менее 30 см$^2$) ватно-марлевыми тампонами, смоченными растворителем. В качестве растворителя используют бензин и др. После отбора пробы тампон помещают в пробирку с притертой пробкой и доставляют в лабораторию.

В лаборатории тампон помещают в колбу, приливают 10 мл растворителя и экстрагируют ОВ в течение 15—20 мин. Экстракт

сливают в чистую пробирку, тампон отжимают от избытка экстракта, который сливают в ту же пробирку.

Экстракт анализируют на содержание ОВ по методикам, изложенным в гл. 6. Зараженность $Б$ (мг/см$^2$) объекта рассчитывают по формуле

$$Б = \frac{C n V_1}{S},$$

где $C$ — концентрация ОВ в анализируемом растворе, мг/мл;
$n$ — коэффициент разбавления экстракта;
$V_1$ — объем экстрагента, мл;
$S$ — площадь, с которой отбирается проба, см$^2$.

Зараженность воздуха парами ОВ типа зарин и зоман вблизи продегазированных поверхностей оценивают с помощью трубки ИТ-44 (ИТ-51). Отбор воздуха в индикаторную трубку производят внутри объектов (танка, бронетранспортера), а также из мест, труднодоступных для дегазации (щели, углубления и т. д.). Отсутствие показаний индикаторной трубки свидетельствует о полноте проведенной дегазации.

## Глава 9

# ИССЛЕДОВАНИЯ ТРОФЕЙНЫХ ДЕЗАКТИВИРУЮЩИХ, ДЕГАЗИРУЮЩИХ, ДЫМООБРАЗУЮЩИХ, ЗАЖИГАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ И ОГНЕСМЕСЕЙ

### Используемые приборы, оборудование, реактивы

| | |
|---|---|
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Чашка фарфоровая | А. о., ящ. 38, яч. 5 |
| Пробирки | А. о., ящ. 24, яч. 4—6; ящ. 39, яч. 67—116 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Спринцовка резиновая | А. о., ящ. 9, яч. 3 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 |
| Часовое стекло (чашка Петри) | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Колбы мерные | А. о., ящ. 1, яч. 4—8 |
| Колбы | А. о., ящ. 15, яч. 10—12 |
| » | П. о., ящ. 64, яч. 14 и 15 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Ступка фарфоровая | А. о., ящ. 37, яч. 26 |
| Стакан | А. о., ящ. 11, яч. 11—15 |
| Спиртовка стеклянная | А. о., ящ. 45, яч. 11 и 12; П. о., ящ. 63, яч. 1 и 2 |
| Воронка стеклянная | А. о., ящ. 38, яч. 3, 5, 22 и 24; П. о., ящ. 64, яч. 1 и 2 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Лупа | А. о., ящ. 10, яч. 12 и 18 |
| Бумага фильтровальная | А. о., ящ. 9, яч. 2 |
| Сода кальцинированная | А. о., ящ. 50, яч. 7—10 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Бензин Б-70 | П. о., ящ. 60, яч. 2 |
| Дихлорэтан | А. о., ящ. 52, яч. 26 |
| Реактив на аммиак | См. гл. 12 |
| Тиосульфат натрия | А. о., ящ. 48, яч. 10 |
| Реактив Фелинга | См. гл. 12 |
| Четыреххлористый углерод | А. о., ящ. 23, яч. 2 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Крахмал растворимый | А. о., ящ. 48, яч. 7 |
| Аммоний хлористый | А. о., ящ. 48, яч. 12 |
| Аммиак водный | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Калий железосинеродистый | А. о., ящ. 40, яч. 27 |
| Тиосульфат натрия 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Свинец уксуснокислый | А. о., ящ. 41, яч. 14 |
| Кобальт азотнокислый | А. о., ящ. 40, яч. 35 |

| | |
|---|---|
| Кислота пикриновая | А. о., ящ. 40, яч. 32 |
| Кислота азотная | А. о., ящ. 5, яч. 2 |
| Цинк гранулированный | А. о., ящ. 48, яч. 15 |
| Серебро азотнокислое | А. о., ящ. 41, яч. 15 |
| Натр едкий (едкое кали) | А. о., ящ. 43, яч. 9 |
| Дифениламин | А. о., ящ. 41, яч. 1 |
| Серебро азотнокислое 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Перекись водорода | А. о., ящ. 43, яч. 12 |
| Барий хлористый | А. о., ящ. 40, яч. 9 и 10 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл. | А. о., ящ. 22, яч. 2 |

## ДЕЗАКТИВИРУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА И РАСТВОРЫ

В качестве дезактивирующих растворов используют растворы моющих средств (мыла, моющие порошки различного состава). Пробы, подозреваемые на дезактивирующие вещества, растворяют в воде, емкость с растворенным веществом интенсивно встряхивают. Моющие средства образуют устойчивую пену. Водные растворы этих средств обычно имеют щелочную среду и опалесцируют.

Полифункциональные рецептуры (для дезактивации, дегазации, дезинфекции) могут содержать хлоративные компоненты, наличие которых определяют качественным элементным анализом.

## ДЕГАЗИРУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА И РАСТВОРЫ

Пробы, подозреваемые на дегазирующие вещества и растворы, вначале подвергают предварительному обследованию, в ходе которого устанавливают, относится ли вещество (раствор) к органическим или неорганическим соединениям.

Если вещество твердое, то устанавливают растворимость его в воде, разбавленной (1 : 1) соляной кислоте, спирте, бензине, дихлорэтане, четыреххлористом углероде.

Если исследуемое вещество жидкое, то с помощью универсальной индикаторной бумажки определяют среду (щелочная, кислая). Небольшую порцию жидкого вещества упаривают на электрической плитке и устанавливают, имеется ли сухой остаток.

**Качественная реакция на активный хлор.** В пробирку вносят 10—20 мг твердого или две-три капли жидкого вещества, прибавляют 1—2 мл 10% водного раствора йодистого калия и несколько капель 15% серной кислоты до кислой реакции по универсальной индикаторной бумажке. Смесь хорошо перемешивают и выдерживают 1—2 мин. Окрашивание раствора в бурый цвет (за счет выделения свободного йода), переходящее после добавления 0,5 мл 1% водного раствора крахмала в синий цвет, указывает на наличие в исследуемом веществе активного хлора.

Аналогичный аналитический эффект возможен при наличии других окислителей.

**Качественный элементный анализ.** Проводят анализ на содержание хлора, азота и серы, если вещество органическое. Если в ходе предварительного обследования было установлено, что иссле-

дуемое вещество является неорганическим, то проводят реакцию на содержание кальция.

Реакция на кальций. На поверхность часового стекла (чашки Петри) наносят две капли исследуемого водного раствора, прибавляют по одной капле насыщенного раствора хлористого аммония с концентрацией приблизительно 300 мг/мл и 10—12% водного раствора аммиака. Часовое стекло (чашку Петри) нагревают на спиртовке и к смеси добавляют три-четыре капли насыщенного раствора железосинеродистого калия. При наличии кальция выпадает белый кристаллический осадок, нерастворимый в уксусной кислоте.

В зависимости от результатов проведенных анализов исследуемое вещество относят (условно) к одной из следующих групп.

Первая группа. Вещества твердые, органические, содержащие активный хлор, растворимые в воде и спирте и нерастворимые в неполярных растворителях (бензин, дихлорэтан, четыреххлористый углерод), имеющие в своем составе серу, азот, хлор. Водные растворы имеют щелочную реакцию.

Вторая группа. Вещества твердые, органические, содержащие активный хлор, нерастворимые в воде, но умеренно растворимые в неполярных растворителях, имеющие в своем составе серу, азот и хлор или только азот и хлор.

Третья группа. Вещества твердые, неорганические, содержащие активный хлор, не полностью растворимые в воде и нерастворимые в органических растворителях (полярных и неполярных).

Четвертая группа. Вещества твердые, неорганические, не содержащие активного хлора, растворимые в воде и нерастворимые в неполярных растворителях. Водные растворы имеют сильнощелочную среду.

Пятая группа. Вещества порошкообразные, неорганические, не содержащие активного хлора, ограниченно растворимые в воде и нерастворимые в органических растворителях. Растворимы в кислотах.

Шестая группа. Вещества жидкие, нерастворимые в воде, оставляющие после выпаривания осадок. Осадок — органическое вещество, по своим свойствам соответствующее второй группе.

Седьмая группа. Вещества жидкие, неорганические или смесь неорганических и органических веществ, дающие щелочную реакцию на лакмус.

### Анализ дегазирующих веществ первой группы

К дегазирующим веществам этой группы относятся монохлорамины — натриевые соли аминов сульфокислот. Могут быть использованы для дегазации ОВ типа VX и ипритов.

**Количественное определение активного хлора.** Навеску вещества 2—3 г (с точностью ±0,001 г) переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в воде и объем раствора до-

водят до метки. Отбирают пипеткой 25 мл полученного раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 10 мл 10% водного раствора йодистого калия и 10 мл 15% раствора серной кислоты. Колбу закрывают пробкой, раствор перемешивают и выдерживают в затемненном месте 3—5 мин. Выделившийся йод титруют 0,1 н. водным раствором тиосульфата натрия. В конце титрования (перед обесцвечиванием бурой окраски раствора) прибавляют 1 мл 0,5% водного раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания синего раствора. Содержание активного хлора $X$ (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 0{,}003546 B}{VH} 100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование, мл;

0,003546 — количество активного хлора, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г;

$B$ — объем мерной колбы, мл;

$V$ — объем раствора, взятого для титрования, мл;

$H$ — масса исследуемого вещества, г.

### Анализ дегазирующих веществ второй группы

К дегазирующим веществам этой группы, содержащим в своем составе серу, азот, хлор, относятся дихлорамины. К веществам, содержащим азот и хлор, относятся гексахлормеламин (ДТ-6), дихлордиметилгидантоин (RH-195), тетрахлордиаминодифенилгликольуреид (S-330).

**Количественное определение активного хлора.** Навеску вещества 0,2—0,3 г (с точностью ±0,001 г) помещают в колбу вместимостью 200—250 мл с притертой пробкой. Прибавляют 5 мл дихлорэтана и смесь хорошо перемешивают. После растворения вещества к раствору приливают 10 мл ледяной уксусной кислоты, 10 мл 10% водного раствора йодистого калия. Содержимое колбы хорошо перемешивают и выдерживают в затемненном месте в течение 5 мин. Выделившийся йод при тщательном перемешивании титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия, как указано в гл. 10. Содержание активного хлора $X$ (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 0{,}003546}{H} 100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование, мл;

0,003546 — количество активного хлора, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г;

$H$ — масса исследуемого вещества, г.

### Анализ дегазирующих веществ третьей группы

К дегазирующим веществам этой группы относятся хлорная известь и соли хлорноватистой кислоты (гипохлориты).

**Количественное определение активного хлора.** Навеску исследуемого вещества 1 г (с точностью ±0,001 г) растирают в фарфоровой ступке с небольшим количеством воды до образования однородной кашицы. Полученную смесь водой переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл; объем раствора в колбе доводят водой до метки. Берут пипеткой 50 мл хорошо перемешанного раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 7—8 мл 10% водного раствора йодистого калия и 3—5 мл ледяной уксусной кислоты. Выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия.

### Анализ дегазирующих веществ четвертой группы

К дегазирующим веществам этой группы относятся сернистый натрий, едкий натр.

**Реакция на сернистый натрий.** В пробирку наливают 1—2 мл водного раствора исследуемого вещества и 5—6 капель 5% водного раствора уксуснокислого свинца. Появление черного осадка свидетельствует о наличии сернистого натрия.

Наличие сернистого натрия можно определить с помощью нитропруссидной реакции.

### Дегазирующие вещества пятой группы

К дегазирующим веществам этой группы относятся порошкообразные рецептуры на основе сорбентов: окислов кремния, железа, алюминия и других металлов.

### Анализ дегазирующих веществ шестой группы

К дегазирующим веществам этой группы относятся растворы дихлораминов и других хлорактивных веществ в органических растворителях (дихлорэтан, четыреххлористый углерод, тетрахлорэтан).

**Количественное определение активного хлора.** Пипеткой отбирают 1 мл исследуемого раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 10 мл ледяной уксусной кислоты, 10 мл 10% водного раствора йодистого калия и далее анализ проводят, как и при анализе веществ второй группы.

Содержание активного хлора $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = a \cdot 0{,}003546 \cdot 100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование, мл;

0,003546 — количество активного хлора, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г.

Для установления (ориентировочно) природы растворителя определяют его температуру кипения. Температура кипения дихлорэтана 84° С, тетрахлорэтана — 146° С, четыреххлористого углерода — 77° С.

### Анализ дегазирующих веществ седьмой группы

К дегазирующим веществам этой группы относятся растворы едкой щелочи, аммиака и аминоспиртов; растворы диэтилентриамина, высших спиртов или их эфиров (раствор DS-2 и др.).

Эти дегазирующие вещества могут быть использованы для дегазации ОВ типа зоман. Растворы на основе диэтилентриамина используют для дегазации практически всех ОВ, включая и ОВ типа VX.

Наличие в дегазирующей смеси аминоспиртов устанавливают с помощью азотнокислого кобальта, для чего к 1 мл исследуемой смеси приливают 1 мл 5% водного раствора азотнокислого кобальта. Окрашивание раствора в пурпурно-фиолетовый цвет указывает на присутствие в смеси этаноламинов.

## ДЫМООБРАЗУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА И РАСТВОРЫ

В качестве дымообразующих веществ используют твердые и жидкие смеси.

**Твердые дымовые смеси.** В качестве твердых дымовых смесей могут использоваться смеси на основе антрацена и хлористого аммония, гексахлорэтана. В сигнальных дымовых смесях, кроме того, используют органические красящие вещества.

В качестве горючих обычно используют: молочный сахар (лактозу), серу, уголь и др.; в качестве окислителей: хлорноватистокислый калий, азотнокислые соли (селитры), иногда хлорнокислые соли калия или аммония (перхлораты). Эти смеси обычно используют в дымовых шашках и гранатах, но могут использоваться в авиабомбах и снарядах курящегося типа.

В качестве наиболее эффективного дымообразователя используют белый фосфор и пластифицированный белый фосфор. Эти дымообразующие вещества применяются в авиабомбах, снарядах, минах и гранатах. В табл. 7 приведены некоторые свойства маскирующих дымообразующих (твердых) веществ.

**Анализ твердых дымообразующих веществ.** Дымовая смесь определяется по ее способности при соприкосновении с воздухом (белый фосфор) или при нагревании выделять большое количество дыма.

Накаливание смеси проводят в пробирке. Для этого небольшое количество смеси (около 0,1 г) осторожно нагревают в пробирке на пламени спиртовки. Образование капель на холодных стенках пробирки (в верхней части) служит признаком возмож-

Таблица 7

**Свойства маскирующих дымообразующих (твердых) веществ**

| Наименование и шифр дымообразующих веществ | Физическое состояние при температуре 20° С | Запах | Плотность при 20° С, мг/мл | Температура самовоспламенения, °С |
|---|---|---|---|---|
| Белый фосфор (WP) | Бледно-желтое полупрозрачное твердое вещество | Напоминает запах спичечных головок | 1,83 | 44 |
| Пластифицированный белый фосфор (PWP) | Каучукообразная масса | То же | 1,9 | 43,9 |
| Гексахлорэтановая смесь (HC) | Твердая смесь серого цвета (гексахлорэтана — 45—46%, окиси цинка — 46%, гранулированного алюминия — 8—9% или порошкообразного алюминия — 9%) | Напоминает запах камфары | — | — |

ного присутствия легколетучих компонентов (четыреххлористого углерода, гексахлорэтана, воды). При более сильном нагревании на стенках пробирки возможно отложение сублимата солей аммония и других веществ. Если при нагревании смеси происходит вспышка, то это является признаком присутствия в смеси окислителей (хлората калия, селитры и т. п.). Зольный остаток растворяют в 1—2 мл дистиллированной воды и определяют с помощью универсальной индикаторной бумажки среду и наличие хлоридов. Щелочная среда свидетельствует о присутствии солей щелочных металлов или окислов щелочноземельных металлов, которые могут образоваться в результате разложения азотнокислых соединений. Образование белого осадка при пробе на хлориды указывает на первоначальное присутствие в исследуемой смеси хлоратов.

**Определение растворимости.** Для разделения сложных дымовых смесей проводят последовательную экстракцию спиртом, водой и соляной кислотой. В органический растворитель переходят: хлорированные компоненты смеси, антрацен, органические красящие вещества и др. В водном растворе могут быть: окислители (селитра, хлорноватокислый калий), лактоза и др.; металлы и их окислы растворяются в соляной кислоте.

Около 10 г смеси помещают в стакан, прибавляют 15—20 мл спирта и при перемешивании нагревают до кипения. Полученный экстракт декантируют и фильтруют через бумажный фильтр в чистую пробирку. К остатку смеси прибавляют 20 мл воды и при перемешивании нагревают до кипения. Экстракт декантируют и фильтруют через бумажный фильтр во вторую чистую пробирку.

К остатку приливают 4—5 мл концентрированной соляной кислоты. После экстракции солянокислый раствор разбавляют водой в 3—4 раза. Нерастворившийся остаток сушат и подвергают осмотру с помощью лупы (возможны древесные опилки, инфузорная земля и др.).

Экстракт органических компонентов смеси выпаривают в фарфоровой чашке, остаток при нагревании растворяют в небольшом количестве спирта. Выпавшие при медленном охлаждении раствора кристаллы отделяют фильтрованием через бумажный фильтр. Полученные кристаллы испытывают на наличие антрацена и гексахлорэтана.

**Определение антрацена.** Две капли спиртового экстракта наносят на фильтровальную бумагу. После испарения растворителя на то же место наносят каплю насыщенного спиртового раствора пикриновой кислоты. Красное окрашивание фильтровальной бумаги свидетельствует о присутствии антрацена.

**Определение гексахлорэтана.** Определение гексахлорэтана проводят в том случае, если при анализе золы на содержание хлоридов были получены отрицательные результаты.

В пробирку наливают 0,5 мл концентрированной азотной кислоты, прибавляют одну гранулу цинка и 1 мл 10% раствора азотнокислого серебра. При этом не должно быть помутнения раствора. В пробирку добавляют несколько кристаллов исследуемого вещества и смесь нагревают до интенсивного выделения пузырьков водорода. Помутнение раствора в этом случае указывает на присутствие хлор-иона, а следовательно, хлорированных углеводородов.

**Определение углеводов.** В пробирку наливают 2 мл водного экстракта, прибавляют 2 мл реактива Фелинга (см. гл. 12) и смесь нагревают на пламени спиртовки. В присутствии углеводов происходит выделение бурого осадка.

**Определение солей аммония и окислителей.** Для обнаружения солей аммония к 1 мл водного экстракта дымовой смеси прибавляют две-три капли 10% раствора едкого натра (до щелочной среды) и четыре-пять капель реактива на аммиак (см. гл. 12). Появление желтой опалесценции или осадка такого же цвета указывает на присутствие аммонийных солей.

**Для обнаружения окислителей.** 2 мл водного экстракта упаривают досуха в фарфоровой чашке. К сухому остатку прибавляют одну-две капли 10% раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте. Появление синего окрашивания свидетельствует о присутствии в смеси окислителей.

**Анализ жидких дымообразователей.** В качестве жидких дымообразователей могут использоваться: раствор серного ангидрида в хлорсульфоновой кислоте, четыреххлористый титан, смесь на основе нефтяных продуктов.

В табл. 8 приведены некоторые свойства жидких дымообразователей.

Таблица 8

**Свойства жидких дымообразователей**

| Наименование и шифр дымообразователя | Физическое состояние при нормальной температуре | Запах | Температура, °С | |
|---|---|---|---|---|
| | | | замерзания (застывания) | кипения |
| Раствор серного ангидрида в хлорсульфоновой кислоте (FS) | Белая жидкость, дымящаяся на воздухе | Едкий | Минус 30 | 80 |
| Четыреххлористый титан (FM) | Бесцветная жидкость | Едкий | Минус 30 | 135 |
| Нефтяное масло | Желтоватая жидкость | Нефтепродуктов | Минус 40 | — |

Жидкие дымообразователи — дымящиеся на воздухе жидкости, бурно реагирующие с водой (за исключением смесей на основе нефтяных продуктов).

**Определение смеси серного ангидрида и хлорсульфоновой кислоты.** 2—3 мл дымовой смеси осторожно по каплям растворяют в 10 мл дистиллированной воды. В две пробирки вносят по 2—3 мл раствора дымовой смеси. В одну из пробирок добавляют пять-шесть капель 10% водного раствора хлористого бария, в другую — пять-шесть капель 0,1 н. водного раствора азотнокислого серебра. Выпадение белого осадка в обеих пробирках свидетельствует о наличии в смеси хлорсульфоновой кислоты и серного ангидрида.

**Определение четыреххлористого титана.** 2—3 мл дымовой смеси осторожно по каплям растворяют в 10 мл дистиллированной воды. В две пробирки вносят по 2 мл полученного раствора, в одну из пробирок добавляют пять-шесть капель 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, в другую — осторожно по стенке пробирки (не перемешивая) 0,5 мл перекиси водорода. Появление в первой пробирке обильного творожистого осадка белого цвета, а во второй — на границе соприкосновения жидкостей — желтого или оранжевого кольца свидетельствует о наличии четыреххлористого титана.

## ЗАЖИГАТЕЛЬНЫЕ ВЕЩЕСТВА И ОГНЕСМЕСИ

В качестве огнесмесей используются в основном смеси на основе загущенных мыльным или полимерным загустителем нефтепродуктов. В ряде случаев в этот состав вводятся легкие металлы.

Огнесмеси бывают нескольких типов, как загущенные, так и незагущенные.

Незагущенные огнесмеси представляют собой смесь самых разнообразных нефтепродуктов и используются в ранцевых огнеметах при отсутствии штатных огнесмесей.

Огнесмеси простые напалмовые с принудительным воспламенением представляют собой бензин, загущенный мыльным (поли-

мерным) загустителем. В качестве пептизатора в этих смесях может быть использован крезол, этилцеллозольв, этиловый спирт и др.

Самовоспламеняющиеся смеси приготавливаются путем загущения полиизобутиленом технического триэтилалюминия. В остальных случаях в данную композицию могут вводиться красный фосфор и порошки легких металлов.

Гидрореагирующие огнесмеси являются модификацией простых напалмовых огнесмесей с принудительным воспламенением, в состав которых помимо загущенного горючего вводят металлический натрий (калий), гидрид лития, порошки легких металлов.

Металлонаполненные огнесмеси представляют собой смесь загущенного полимерным загустителем горючего с красным фосфором и с порошком магния (алюминия).

Металлизированные огнесмеси отличаются от металлонаполненных тем, что в их состав вместо красного фосфора вводится окислитель. Кроме того, в состав металлизированных огнесмесей могут вводиться вещества, увеличивающие седиментационную устойчивость смеси.

Наиболее распространены в армиях капиталистических государств загущенные зажигательные смеси, получившие названия напалм и пирогель.

Напалм по своему составу является аналогом отечественных огнесмесей простых напалмовых с принудительным воспламенением. Исключением является напалм-Б, в состав которого входят бензин, бензол и полистирол в соотношении 1 : 1 : 2.

Пирогели по своему составу и свойствам близки к отечественным металлизированным огнесмесям. Основной характеристикой напалмовых огнесмесей является статическая вязкость, измерение которой осуществляется с помощью штатного прибора ИВ-53 (ИВ-53М). На качество приготавливаемой огнесмеси существенно влияют влажность и загущающая способность загустителя.

На снабжении армий капиталистических государств имеются также зажигательные составы на основе легких металлов. К этим составам относятся магниевые сплавы, термит и термитные составы.

Магниевые сплавы применяют для изготовления корпусов зажигательных бомб малого калибра (сплав магния с алюминием и цинком).

Термит является прессованной смесью состоящей из порошкообразной окиси железа (73%) и гранулированного алюминия (27%) и может гореть без доступа кислорода.

Для снаряжения зажигательных боеприпасов наряду с термитом применяют термитные сплавы, которые представляют собой смесь термита с окислителем и другими связующими добавками.

В качестве зажигательных веществ могут применяться белый и пластифицированный белый фосфор.

Глава 10

# КОНТРОЛЬ ПРИГОДНОСТИ ТАБЕЛЬНЫХ ДЕГАЗИРУЮЩИХ, ДЕЗИНФИЦИРУЮЩИХ, ДЫМООБРАЗУЮЩИХ И ЗАЖИГАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ И ОГНЕСМЕСЕЙ

## ДЕГАЗИРУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА

Для приготовления водных дегазирующих растворов используют дветретиосновную соль гипохлорита кальция (ДТС ГК), нейтральный гипохлорит кальция (НГК) и полифункциональный порошок СН-50.

Для приготовления дегазирующего раствора № 1 используют дихлорамин технический марок ДТ-2 (дихлорамин Б) и ДТХ-2 (дихлорамин ХБ).

**Дветретиосновная соль гипохлорита кальция (ДТС ГК)** представляет собой обезвоженные основные кальциевые соли хлорноватистой кислоты. По внешнему виду — белый сыпучий порошок с запахом хлора. В воде растворяется умеренно, в органических растворителях не растворяется.

По содержанию активного хлора ДТС ГК подразделяют на категории:

первая категория — содержание активного хлора до 45%;
вторая категория — содержание активного хлора 30—45%;
третья категория — содержание активного хлора менее 30%.

**Нейтральный гипохлорит кальция (НГК)** представляет собой кальциевую соль хлорноватистой кислоты, по внешнему виду — порошкообразный продукт белого или слабоокрашенного цвета с запахом хлора. В воде растворяется умеренно, в органических растворителях не растворяется.

Содержание активного хлора в НГК составляет 52—72%.

Пригодность ДТС ГК и НГК для приготовления дегазирующих растворов оценивают по содержанию активного хлора.

**Определение активного хлора.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Весы лабораторные ВЛР-200 . . . | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл. . . . | А. о., ящ. 27, яч. 2; П. о., ящ. 70, яч. 2 |

| | |
|---|---|
| Колбы мерные | А. о., ящ. 1, яч. 7 и 8 |
| Ступка фарфоровая | А. о., ящ. 37, яч. 26 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Спринцовка резиновая | А. о., ящ. 9, яч. 3; П. о., ящ. 75, яч. 2 |
| Колбы конические | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Капилляр стеклянный | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Трубка хлоркальциевая | А. о., ящ. 39, яч. 60 и 61 |
| Трубка резиновая | А. о., ящ. 24, яч. 3 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Тиосульфат натрия 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Крахмал растворимый | А. о., ящ. 48, яч. 7 |
| Бензол | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Вода дистиллированная | А. о., ящ. 44 |
| Прибор АКОВ-10 | А. о., ящ. 18, яч. 1—3; ящ. 37, яч. 13 |

Берут навеску около 1 г с точностью ±0,01 г ДТС ГК или НГК и растирают ее в фарфоровой ступке с небольшим количеством дистиллированной воды до образования однородной кашицы. Полученную кашицу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, ступку и пестик тщательно обмывают дистиллированной водой, присоединяя смывные воды к содержимому колбы. Смесь в колбе тщательно перемешивают и объем доводят до метки. Из колбы пипеткой берут три пробы по 50 мл предварительно перемешанного раствора, переносят их в конические колбы вместимостью 100 мл, прибавляют по 7—8 мл 10% водного раствора йодистого калия и по 3—5 мл концентрированной уксусной кислоты. Выделившийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. В конце титрования в колбу приливают по 1 мл свежеприготовленного 0,5% водного раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора.

Содержание активного хлора $X$ (%) для каждой пробы вычисляют по формуле

$$X = \frac{aKB \cdot 0{,}003546}{HV} 100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, мл;

$K$ — поправка к титру тиосульфата натрия;

$B$ — объем раствора ДТС ГК или НГК в мерной колбе, мл;

0,003546 — количество активного хлора, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г;

$H$ — навеска ДТС ГК или НГК, г;

$V$ — объем раствора ДТС ГК или НГК, взятый на титрование, мл.

## Определение влажности.

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Колбы конические | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Спринцовка резиновая | П. о., ящ. 75, яч. 2; А. о., ящ. 9, яч. 3 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Колбы мерные | А. о., ящ. 1, яч. 7 и 8 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Тиосульфат натрия 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Крахмал растворимый | А. о., ящ. 48, яч. 7 |
| Дихлорэтан | А. о., ящ. 52, яч. 26 |

В сухую колбу прибора для определения содержания влаги берут 50—100 г с точностью до 0,1 г исследуемого продукта, туда же приливают 100 мл сухого бензола. Содержимое тщательно перемешивают и вносят несколько кусочков пористого фарфора или несколько капилляров. Прибор собирают, как показано на рис. 16. Колбу с содержимым нагревают на электрической плитке так, чтобы при перегонке скорость прикапывания растворителя из холодильника в ловушку была две-три капли в секунду.

**Дихлорамин Б (ДТ-2)** — дихлорамид бензолсульфокислоты ($C_6H_5SO_2NCl_2$) представляет собой чешуйки белого или слегка желтоватого цвета с запахом хлора. ДТ-2 нерастворим в воде, хорошо растворим в хлороформе, дихлорэтане, четыреххлористом углероде. Содержание активного хлора в ДТ-2 не менее 60%.

**Дихлорамин ХБ (ДТХ-2)** — дихлорамид *п*-хлорбензолсульфокислоты ($C_6H_4ClNCl_2$) представляет собой порошок или чешуйки желтоватого цвета. ДТХ-2 нерастворим в воде, ограниченно растворим в хлороформе, дихлорэтане, четыреххлористом углероде. Содержание активного хлора в ДТХ-2 не менее 52%. Пригодность хлораминов ДТ-2 и ДТХ-2 для приготовления раствора № 1 оценивают по содержанию активного хлора.

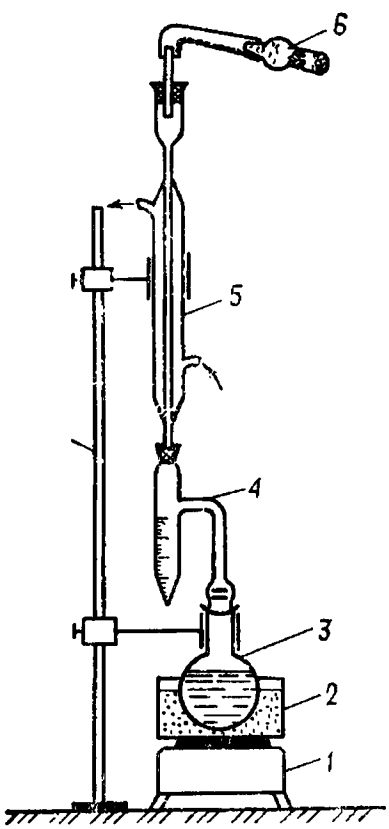



**Рис. 16.** Прибор для определения влаги (аппарат АКОВ-10):

*1* — электроплитка; *2* — песчаная баня; *3* — колба; *4* — ловушка; *5* — холодильник; *6* — хлоркальциевая трубка; *7* — штатив

**Определение активного хлора.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Ступка фарфоровая | А. о., ящ. 37, яч. 26 |
| Банка | П. о., ящ. 64, яч. 3—12 |
| Колбы мерные | А. о., ящ. 1, яч. 4—8 |
| Колбы конические | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53М |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Спринцовка резиновая | П. о., ящ. 75, яч. 2 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Воронка стеклянная | А. о., ящ. 38, яч. 3—5 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Кислота уксусная | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Тиосульфат натрия 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Крахмал растворимый | А. о., ящ. 48, яч. 7 |

Берут навеску 0,2—0,3 г с точностью ±0,01 г вещества, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 10 мл дихлорэтана и смесь хорошо перемешивают до полного растворения навески. После растворения вещества прибавляют 15 мл 10% водного раствора йодистого калия и 15 мл 10% раствора соляной кислоты. Закрыв колбу пробкой, содержимое в течение 2—3 мин перемешивают и оставляют на 10 мин в темном месте. Выделившийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия в присутствии 1—2 мл 0,5% водного раствора крахмала, прибавляемого в конце титрования.

Содержание активного хлора $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot 0{,}003546}{H} 100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, мл;

0,003546 — количество активного хлора, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г;

$H$ — навеска обследуемого вещества, г.

**Дегазирующая рецептура РД-2** — легкоподвижная жидкость, окрашенная в светло-желтый или коричневый цвет.

Пригодность рецептуры оценивают по содержанию щелочи 0,29—0,35 г-экв./л.

**Определение общей щелочности.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Колбы конические | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Тигель | П. о., ящ. 67, яч. 19—43 |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Шкаф сушильный | А. о., на боковой стенке левого стола |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |

| | |
|---|---|
| Воронка делительная . . . . . | А. о., ящ. 15, яч. 3 и 4 |
| Цилиндр мерный . . . . . | А. о., ящ. 13, яч. 14 и 15; П. о., ящ. 64, яч. 13 |
| Пикнометр стеклянный . . . . . | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Кислота соляная . . . . . | А. о., ящ. 51, яч. 7 |
| Метиловый оранжевый . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 43 |
| Натр едкий 0,1 н. . . . . | А. о., ящ. 43, яч. 9 |
| Кислота серная 1 н. . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Кислота уксусная ледяная . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Кислота хлорная . . . . . | См. гл. 12 |
| Ангидрид уксусный . . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Калий фталевокислый кислый . . . | См. гл. 12 |
| Индикатор кристаллический фиолетовый | См. гл. 12 |

5 мл рецептуры РД-2 вносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, содержащую 100 мл дистиллированной воды. Смесь тщательно перемешивают и титруют 0,5—0,9 н. раствором соляной кислоты в присутствии раствора индикатора метилового оранжевого (восемь — десять капель) до появления красной окраски раствора.

Общую щелочность $N_{общ}$ (г-экв./л) рассчитывают по формуле

$$N_{общ} = \frac{N_к V_к}{V_р},$$

где $N_к$ — нормальность соляной кислоты, используемой для титрования, г-экв./л;

$V_к$ — объем раствора соляной кислоты, пошедшей на титрование, мл;

$V_р$ — объем рецептуры РД-2, взятой на титрование, мл.

**Определение щелочности рецептуры**. 2 мл рецептуры РД-2 вносят в коническую колбу вместимостью 100 мл, содержащую 20 мл уксусного ангидрида, одну каплю индикатора кристаллического фиолетового, смесь перемешивают и титруют 0,1 н. раствором хлорной кислоты до перехода окраски из сине-фиолетовой в зеленую.

Щелочность рецептуры $N_р$ (г-экв./л) рассчитывают по формуле

$$N_р = \frac{N_к K V_к}{V_р},$$

где $N_к$ — нормальность хлорной кислоты, взятой для титрования, г-экв./л;

$K$ — коэффициент поправки 0,1 н. раствора хлорной кислоты;

$V_к$ — объем раствора хлорной кислоты, пошедшей на титрование, мл.

$V_р$ — объем рецептуры РД-2, взятой на титрование, мл.

**Дегазирующий раствор № 1** представляет собой 2% раствор дихлорамина (ДТ-2, ДТХ-2) в дихлорэтане.

Содержание активного хлора определяют, отбирая пипеткой 1 мл исследуемого раствора в коническую колбу вместимостью 250 мл и далее проводят анализ, как и при определении содержания активного хлора в ДТС ГК.

Содержание активного хлора $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = a \cdot 0{,}003546 \cdot 100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, мл;

0,003546 — количество активного хлора, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г.

**Дегазирующие растворы № 2-ащ и 2-бщ.** Пригодность щелочного дегазирующего раствора оценивают по показателю общей щелочности, который должен быть не менее 10 мл 1 н. раствора соляной кислоты на 1 мл дегазирующего раствора.

**Определение общей щелочности.** Навеску раствора 0,2 г, взятую с точностью ±0,001 г, вносят в колбу вместимостью 200—250 мл, содержащую не менее 40 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты. Смесь перемешивают и титруют избыток кислоты 0,1 н. раствором едкого натра в присутствии двух-трех капель 0,1% водного раствора метилового оранжевого до перехода красной окраски раствора в оранжевую.

Общую щелочность $X$, выраженную в миллилитрах нормального раствора кислоты, пошедшей на нейтрализацию 1 мл дегазирующего раствора, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - B)\,d}{H \cdot 10},$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора соляной кислоты, взятое в колбу, мл;

$B$ — количество 0,1 н. раствора едкого натра, пошедшее на титрование избытка кислоты, мл;

$d$ — плотность дегазирующего раствора, г/см$^3$;

$H$ — навеска дегазирующего раствора, г;

10 — коэффициент пересчета миллилитров 0,1 н. раствора соляной кислоты в миллилитры 1 н. раствора.

Плотность дегазирующего раствора определяют при температуре 20° С пикнометром.

**Двууглекислый аммоний.** Двууглекислый аммоний ($NH_4HCO_3$) — белое кристаллическое вещество с резким запахом аммиака. Содержание основного вещества должно быть не менее 93%.

**Определение основного вещества** $NH_4HCO_3$. Навеску 2 г обследуемого продукта, взятую с точностью ±0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 100 мл дистиллированной воды и титруют 1 н. раствором серной кислоты с индикатором метиловым оранжевым.

Содержание двууглекислого аммония $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot 0{,}079}{H} 100,$$

где $a$ — количество 1 н. раствора серной кислоты, пошедшее на титрование, мл;

0,079 — количество двууглекислого аммония, соответствующее 1 мл точно 1 н. раствора серной кислоты, г;

$H$ — навеска продукта, г.

**Порошок СН-50.** Порошок предназначен для приготовления рецептуры для дегазации, дезактивации, дезинфекции. Это однородный порошок белого или светло-кремового цвета, с запахом хлора, хорошо растворим в воде.

Пригодность порошка СН-50 оценивают по содержанию активного хлора (не менее 25%). Определение содержания активного хлора проводят аналогично определению содержания активного хлора в ДТС ГК.

## ДЕЗИНФИЦИРУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА

В качестве дезинфицирующих веществ и растворов применяют дветретиосновную соль гипохлорита кальция (ДТС ГК), хлорамин Б (ДТ-1), формалин, смесь окиси этилена и бромистого метила (ОКЭБМ), лизол.

Для веществ ДТС ГК, ДТ-1 дезинфицирующим агентом является активный хлор, по содержанию которого оценивается пригодность этих дезинфектантов.

**Формалин** представляет собой 40% водный раствор формальдегида. Пригодность формалина оценивается содержанием формальдегида. Для дезинфекции помещений используют растворы, содержащие 8—16% формальдегида; для обеззараживания одежды — растворы с содержанием 1—4% формальдегида.

**Определение содержания формальдегида.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Колбы мерные | А. о., ящ. 1, яч. 7 и 8 |
| Колбы конические | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Йод | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Натр едкий 0,1 н. | А. о., ящ. 43, яч. 9 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Тиосульфат натрия 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Крахмал растворимый | А. о., ящ. 48, яч. 7 |

10 мл формалина вносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и объем доводят дистиллированной водой до метки. После тщательного перемешивания 5 мл полученного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл с притертой пробкой, добавляют 40 мл 0,1 н. раствора йода (из фиксанала) и по каплям (при постоянном перемешивании) 1 н. водный раствор едкого натра до образования бледно-желтой окраски раствора. Через 10—15 мин добавляют 30 мл 10% раствора соляной кислоты (до pH=6 —6,5) и не вошедший в реакцию йод оттитровывают 0,1 н.

раствором тиосульфата натрия в присутствии 5 мл 0,5% водного раствора крахмала, прибавляемого в конце титрования.

С теми же количествами реактивов проводят контрольную пробу, беря вместо раствора формалина 5 мл воды.

Содержание формальдегида в формалине $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a - B)\,0{,}001508 \cdot 5}{50}\,100,$$

где $a$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование йода в контрольной пробе, мл;

$B$ — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование йода в пробе с формалином, мл;

0,001508 — количество формальдегида, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора йода, г;

5 — количество раствора формалина, отобранного для анализа, мл;

50 — кратность разбавления взятого на анализ формалина.

**Лизол** представляет собой раствор крезолов в калийном мыле. Лизол должен содержать не менее 47,5% крезолов. Для дезинфекции используют 50% растворы, а для замачивания белья — 3—5% растворы лизола в воде.

**Определение содержания крезолов.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Воронка делительная | А. о., ящ. 15, яч. 1 и 2 |
| Колбы конические | А. о., ящ. 11, яч. 30—34 |
| Метиловый оранжевый | А. о., ящ. 40, яч. 43 |
| Установка для перегонки с водяным паром | См. рис. 3 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Баня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1—4, 6—15 |
| Спринцовка резиновая | П. о., ящ. 75, яч. 2; А. о., ящ. 9, яч. 3 |
| Цилиндр | А. о., ящ. 13, яч. 2, 3, 14 и 15 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Натрий хлористый | А. о., ящ. 48, яч. 16 |
| Эфир медицинский | А. о., ящ. 42, яч. 4—5 |
| Спирт этиловый ректификованный | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Фенолфталеин | А. о., ящ. 40, яч. 66 |
| Кислота соляная 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 7 |

В колбу для перегонки вместимостью 250 мл вносят 20 г лизола, добавляют 60 мл дистиллированной воды, несколько капель 0,1% водного раствора индикатора метилового оранжевого. Смесь

перемешивают до растворения лизола и подкисляют разбавленной (1 : 5) серной кислотой до кислой реакции (образование интенсивного красного окрашивания). Колбу подсоединяют к холодильнику и парообразователю (см. рис. 3) и при нагревании колбы смесь перегоняют с водяным паром до тех пор, пока капли, стекающие с алонжа, вначале мутные, не станут прозрачными. Охлаждение холодильника прекращают, но перегонку продолжают до удаления со стенки холодильника капель крезола (появление пара из алонжа). Вновь холодильник охлаждают и перегонку продолжают еще 5 мин. Полученный дистиллят из приемника переливают в делительную воронку, прибавляют 20 г хлористого натрия и 80 мл этилового эфира. После перемешивания эфирный слой отделяют, помещают во взвешенную колбу и осторожным нагреванием на водяной бане отгоняют эфир (отгонку осуществляют в вытяжном шкафу). Остаток высушивают в сушильном шкафу при температуре 100° С в течение 40 мин и после охлаждения колбу взвешивают.

Содержание крезолов в лизоле $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{m - m_0}{H} 100,$$

где $m$ — масса колбы с остатком, г ;
$m_0$ — масса пустой колбы, г;
$H$ — навеска лизола, взятого на анализ, г.

**Определение щелочи.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Ареометр . . . . . | А. о., ящ. 17, яч. 3 |
| Колбы . . . . . | А. о., ящ. 45, яч. 5—8 |
| Капилляр стеклянный . . . . . | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Сосуд Дюара . . . . . | А. о., ящ. 36, яч. 16 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С . . . . | А. о., ящ. 17, яч. 1 |

В коническую колбу вместимостью 50—100 мл вносят 1 мл обследуемого лизола, 24 мл этилового спирта и 1 мл 0,1% спиртового раствора фенолфталеина. Полученный раствор титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты до обесцвечивания. На титрование 1 мл удовлетворяющего требованиям лизола должно пойти не более 0,9 мл кислоты (соответствует содержанию едкого кали не более 0,5%).

**Смесь окиси этилена и бромистого метила** представляет собой прозрачную, бесцветную или слегка желтоватую жидкость. Чистая смесь имеет запах эфира, трудно растворима в воде, хорошо — в спирте, токсична. Предельно допустимая концентрация в воздухе составляет 0,001 мг/мл. Применяется для обеззараживания суконно-бумажного, кожаного и мехового обмундирования, специальной одежды, белья, документов, личных вещей, больничного и лабораторного оборудования и т. п.

Смесь окиси этилена и бромистого метила должна отвечать следующим требованиям: внешний вид — прозрачная, бесцветная или слегка желтоватая жидкость при температуре ниже минус 8° С; плотность при минус 2° С — 1,356—1,359 г/см³; содержание нелетучего остатка по массе — 1% не более.

Определение внешнего вида производят просмотром исследуемой пробы в склянке или колбе, вынимая ее из холодильной смеси на 30 с и рассматривая в проходящем свете.

Определение плотности производят с помощью ареометра при температуре исследуемой смеси 0° С.

При измерении плотности ареометром, отградуированном для 20° С к показанию, отсчитанному по шкале ареометра, прибавляют 0,001.

**Определение нелетучего остатка.** В колбу вместимостью 25 мл, предварительно взвешенную вместе с пятью капиллярами и помещенную в охлаждающую смесь с температурой ниже минус 8° С, вносят 10 г исследуемой жидкости, колбу закрывают ватной пробкой. Температуру охлаждающей смеси повышают, поддерживая 9° С, и следят за испарением жидкости.

Во время испарения последних капель жидкости колбу вынимают из охлаждающей смеси, обтирают, вынимают пробку, наклоном колбы до горизонтального положения выпускают остатки паров смеси окиси этилена и бромистого метила. Затем колбу с капиллярами взвешивают и по разности масс вычисляют процентное содержание нелетучего остатка.

## ДЫМООБРАЗУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА

Дымообразующая смесь № 1 представляет собой смесь кокосового дистиллята (70%) и зеленого масла (30%) с депрессатором АЗНИИ (0,5% сверх 100). Смесь должна удовлетворять следующим требованиям:

плотность при 20° С — не менее 0,9 г/см³;

фракционный состав: начало кипения — не ниже 175° С, перегоняется до 325° С — не более 50%, перегоняется до 350° С — не более 60%;

содержание воды — не более 1%.

**Определение плотности.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Пикнометр | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Ваня комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Песок прокаленный | А. о., ящ. 5, яч. 4 |
| Холодильник | А. о., ящ. 36, яч. 1 |
| Прибор АКОВ-10 | А. о., ящ. 18, яч. 1—3; ящ. 37, яч. 13 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Трубка хлоркальциевая | А. о., ящ. 24, яч. 3 |
| Штатив лабораторный | А. о., ящ. 8 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Бензин Б-70 | А. о., ящ. 30, яч. 14—18 |

Определение плотности производят с помощью пикнометра при температуре 20° С.

Относительную плотность смеси $\delta'$ рассчитывают по формуле

$$\delta' = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1},$$

где $m_3$ — масса пикнометра со смесью, кг;

$m_1$ — масса пустого пикнометра, кг;

$m_2$ — масса пикнометра с дистиллированной водой, кг.

По полученной величине относительной плотности рассчитывают плотность смеси $\delta$ по формуле

$$\delta = 0{,}997\delta' - 0{,}0012,$$

где 0,997 — плотность воды при температуре 20° С, г/см$^3$;

0,0012 — плотность воздуха при 20° С и давлении $10^5$ Па, г/см$^3$;

$\delta'$ — относительная плотность смеси.

Определение влажности смеси производят с помощью прибора (см. рис. 16).

В предварительно промытую и просушенную колбу прибора помещают навеску смеси около 100 г, взятую с точностью $\pm 0{,}1$ г. В ту же колбу приливают 100 мл сухого бензола и после тщательного перемешивания вносят несколько капилляров или кусочков пористого фарфора. Далее определение влажности проводят, как указано в п. 70.

Содержание влаги $C$ (%) вычисляют по формуле

$$C = \frac{Vd}{m} 100,$$

где $V$ — объем воды, собранной в ловушке, г;

$d$ — плотность смеси при температуре анализа, г/см$^3$;

$m$ — навеска смеси, г.

**Антраценовая дымообразующая смесь** состоит из $(43 \pm 2)$ % хлорноватокислого калия (бертолетовой соли), $(45 \pm 2)$ % аммония хлористого, $(14 \pm 2)$ % антрацена.

Антраценовая смесь при нарушении герметичности корпуса дымовых средств (шашки, гранаты) легко увлажняется, что приводит к увеличению времени разгорания и горения, а при большом увлажнении могут быть отказы в дымопуске. Влажность смеси не должна превышать 1%.

Пригодность смеси оценивается содержанием влажности и составных компонентов.

Определение влажности производят так же, как и при определении содержания влажности в ДТС ГК.

**Определение содержания антрацена.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Воронка с фильтром | А. о., ящ. 37, яч. 14—20 |
| Колба с тубусом | А. о., ящ. 38, яч. 21 |
| Плитка электрическая | П. о., ящ. 66, яч. 6 |
| Термометр стеклянный технический со шкалой от 0 до 100° С | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Цилиндр | А. о., ящ. 13, яч. 2 и 3 |
| Фильтры обеззоленные | А. о., ящ. 9, яч. 1 |
| Колба мерная вместимостью 500 мл | А. о., ящ. 1, яч. 5 и 6 |
| Пипетки | А. о., ящ. 2, яч. 1 и 2 |
| Колбы конические вместимостью 250 мл | А. о., ящ. 15, яч. 10—12 |
| Бюретка | А. о., ящ. 6, яч. 1—4 |
| Бензол | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл. | А. о., ящ. 22, яч. 2 |
| Серебро азотнокислое 0,1 н. | А. о., ящ. 51, яч. 8 |
| Хромовокислый калий | А. о., ящ. 40, яч. 28 |
| Стекло часовое (чашка Петри) | А. о., ящ. 10, яч. 13 |
| Стакан вместимостью 600 мл | А. о., ящ. 39, яч. 62—66 |
| Натр едкий (едкое кали) | А. о., ящ. 43, яч. 9 |

В предварительно взвешенную с точностью ±0,001 г воронку с пористой пластинкой № 2 помещают 1—2 г дымовой смеси и воронку вновь взвешивают. Извлечение антрацена из смеси проводят теплым (30—40° С) бензолом путем многократной обработки смеси небольшими порциями растворителя (по 5—6 мл) до тех пор, пока капли бензольного фильтрата не будут прозрачными и бесцветными. Общий расход бензола составляет обычно 100—150 мл. По окончании извлечения остаток смеси в воронке сушат при температуре 100° С до постоянной массы в течение 30—40 мин.

Содержание антрацена $X$ (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(q - a)\,100}{q - B} - C,$$

где $q$ — масса воронки со смесью, г;

$a$ — масса воронки со смесью после экстрагирования, г;

$B$ — масса пустой воронки, г;

$C$ — влажность смеси, %.

**Определение суммарного содержания хлористого аммония и хлорноватокислого калия.** Сухой остаток в воронке после предыдущего анализа обрабатывают в несколько приемов горячей водой (всего 200 мл) до отрицательной реакции на хлористый аммоний (отсутствие показаний на хлор-ион с азотнокислым серебром) и хлорноватокислый калий (реакция с 10% раствором дифениламина в концентрированной серной кислоте). Остаток смеси в воронке сушат в течение 30—40 мин при температуре 100° С до постоянной массы.

Суммарное содержание хлористого аммония и хлорноватокислого калия $J$ (%) рассчитывают по формуле

$$J = \frac{(a - c')}{q - B}\,100,$$

где $c'$ — масса воронки со смесью после обработки водой, г.

**Определение содержания хлористого аммония.** Навеску 2—3 г дымообразующей смеси берут в бумажный фильтр и осторожно отмывают антрацен сухим бензолом. Не подсушивая, остаток на фильтре отмывают горячей водой до отрицательной реакции на хлористый аммоний и хлорноватокислый калий. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 500 мл. Содержимое колбы водой доводят до метки. Затем берут пипеткой 50 мл полученного раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 50 мл дистиллированной воды и титруют 0,1 н. раствором азотнокислого серебра в присутствии индикатора хромовокислого калия до красно-желтого окрашивания.

Содержание хлористого аммония $Z$ (%) рассчитывают по формуле

$$Z = \frac{n \cdot 0{,}00535B}{HV} 100,$$

где $n$ — количество 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, пошедшее на титрование, мл;

0,00535 — количество хлористого аммония, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, г;

$B$ — объем жидкости в мерной колбе, мл;

$H$ — навеска дымообразующей смеси, г;

$V$ — объем раствора, взятого на титрование, мл.

**Металлохлоридная дымообразующая смесь** состоит из (62±3) % гексахлорэтана, (25±2) % титаномагнетитовой руды, (5±1) % колчедана серного, (7±5) % пудры алюминиевой, (0,5±0,1) % масла индустриального И-12А. Влажность смеси не должна превышать 1%.

Пригодность смеси оценивается содержанием влажности и компонентов.

Определение влажности производят так же, как и при определении содержания влажности в ДТС ГК.

**Определение содержания гексахлорэтана и индустриального масла.** Навеску смеси 1—1,5 г, взятую в воронку с пористой пластинкой № 2, обрабатывают подогретым до температуры 30—50° С бензолом до тех пор, пока несколько капель фильтрата после испарения на часовом стекле (чашке Петри) не будут оставлять заметного пятна. Воронку с остатком смеси сушат при температуре 100° С до постоянной массы.

Суммарное содержание гексахлорэтана и индустриального масла $X$(%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(q - a)\,100}{q - B} - C,$$

где $q$ — масса воронки со смесью до обработки бензолом, г;

$a$ — масса воронки со смесью после обработки бензолом, г;

$B$ — масса пустой воронки, г;

$C$ — содержание влаги в смеси, %.

**Определение содержания алюминиевой пудры.** Остаток смеси в воронке от предыдущего анализа переносят в стакан и приливают 40—50 мл 15% раствора едкого натра (едкого кали). После окончания бурной реакции содержимое нагревают до прекращения выделения пузырьков газа. В стакан приливают 100—150 мл дистиллированной воды и смесь фильтруют через ту же воронку. Остаток на пористой пластинке промывают водой до нейтральной реакции и сушат вместе с воронкой при температуре 100° С до постоянной массы.

Содержание алюминиевой пудры $J$ (%) рассчитывают по формуле

$$J = \frac{a - C_1}{q - B} 100,$$

где $C_1$ — масса воронки со смесью после обработки щелочью, г.

**Определение содержания титаномагнетитовой руды или железной окалины.** Содержание этих компонентов определяют по массе остатка смеси после обработки щелочью.

Содержание титаномагнетитовой руды или железной окалины $Z$ (%) рассчитывают по формуле

$$Z = \frac{C_1 - a}{q - B} 100.$$

## ЗАЖИГАТЕЛЬНЫЕ ВЕЩЕСТВА И ОГНЕСМЕСИ

Измерение статической вязкости огнесмесей производят согласно инструкции по работе с прибором ИВ-53 (ИВ-53М).

**Определение влажности мыльного загустителя.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Прибор ИВ-53 (ИВ-53М) . . . . . | П. о., ящ. 62 |
| Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим режим температуры до 150° С . . . . . | А. о., на боковой стенке левого стола |
| Стаканчик (бюкс) для взвешивания | А. о., ящ. 11, яч. 1—10 |
| Термометр с пределами измерения от 0 до 200° С . . . . . | А. о., ящ. 17, яч. 1 |
| Эксикатор . . . . . | А. о., ящ. 23, яч. 3 |
| Кальций хлористый прокаленный . . | А. о., ящ. 43, яч. 4 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 . . . | А. о., на левом столе |
| Гири общего назначения 2 кл. . . . | А. о., ящ. 22, яч. 2 |

Около 10 г порошка взвешивают с точностью до 0,0002 г на лабораторных весах ВЛР-200 в предварительно взвешенном бюксе (во избежание потерь влаги взвешивание проводят быстро). Бюкс с навеской порошка ставят в сушильный шкаф на 90 мин при температуре 95° С и на 90 мин при температуре 105° С. Бюкс вынимают из шкафа, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе с прокаленным хлористым кальцием и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Содержание влаги $X$ (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{a - B}{q} 100,$$

где $a$ — масса бюкса с навеской до высушивания, г;

$B$ — масса бюкса с навеской после высушивания, г;

$q$ — навеска порошка, г.

Определение содержания влаги проводят в двух параллельных навесках и за результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,1%.

Согласно техническим условиям влажность мыльного загустителя должна составлять 1—2%.

**Определение загущающей способности.**

**Используемые приборы, оборудование, реактивы**

| | |
|---|---|
| Прибор ИВ-53 (ИВ-53М) | П. о., ящ. 62 |
| Баня для термостатирования комбинированная | А. о., ящ. 46, яч. 3 и 4 |
| Весы лабораторные ВЛР-200 | А. о., ящ. 27, яч. 2 |
| Шкаф сушильный на 100—150° С | А. о., на левой боковой стенке |
| Нож стальной | А. о., ящ. 14, яч. 3 |
| Палочка стеклянная | А. о., ящ. 47, яч. 3; П. о., ящ. 77, яч. 11 и 13 |
| Стакан лабораторный фарфоровый вместимостью 250 мл | А. о., ящ. 11, яч. 24 и 29 |
| Секундомер | П. о., ящ. 62, в приборе ИВ-53 (ИВ-53М) |
| Пипетка на 2 мл с ценой деления 0,002 мл | А. о., ящ. 2, яч. 10—12 |
| Бензин Б-70 | А. о., ящ. 30, яч. 14—18 |
| Ацетон | А. о., ящ. 21, яч. 1—5 |
| Дистиллятор | П. о., на правом борту кузова |
| Цилиндр мерный | А. о., ящ. 13, яч. 1 и 9 |
| Пробирка для смеси | А. о., ящ. 24, яч. 4—6 |
| Тампоны ватные | А. о., ящ. 32, яч. 7; П. о., ящ. 72, яч. 4 |
| Асбест | А. о., ящ. 4, яч. 3 |
| Часовое стекло (чашка Петри) | А. о., ящ. 10, яч. 13 |

Метод основан на измерении статической вязкости смеси определенного состава, полученной путем загущения бензина Б-70 порошком в присутствии ксиленола, на приборе ИВ-53 (ИВ-53М). Статическая вязкость — вязкость практически неразрушенной структуры, определенная при малых скоростях сдвига. Определение статической вязкости основано на измерении времени протекания жидкости между делениями шкалы прибора по наклонной плоскости под действием собственной силы тяжести.

Для определения загущающей способности готовят вязкую смесь следующего состава: бензин Б-70 — 100 мл; загуститель — 6 г; ксиленол — 0,7 г.

Смесь готовят из расчета на 150 мл бензина. Навеску ксиленола 1,05 г берут в фарфоровый стакан на технических весах с точностью до 0,01 г. Для удобства работы с ксиленолом используют капельницу с пипеткой. Работу с ксиленолом необхо-

димо проводить в вытяжном шкафу. Необходимое количество ксиленола можно брать пипеткой на 2 мл. Температура ксиленола должна быть при этом (20±2)° С. **Категорически запрещается** набирать ксиленол в пипетку ртом во избежание ожога.

Бензин Б-70 при температуре 20° С отмеривают мерным цилиндром в количестве 150 мл по нижнему мениску и вливают в фарфоровый стакан с уже взятой навеской ксиленола. При работе с бензином необходимо соблюдать все правила обращения с легковоспламеняющимися жидкостями.

Загуститель в количестве 9 г взвешивают в бюксе с точностью до 0,01 г. Перед взятием навески загустителя имеющиеся комочки растирают в ступке. Размеры частиц порошка не должны быть более 3 мм.

Взятую навеску всыпают в фарфоровый стакан в смесь бензина с ксиленолом, затем в течение 1 мин перемешивают стеклянной палочкой, стакан закрывают часовым стеклом (чашкой Петри). Эта операция повторяется через каждые 10—15 мин в течение 1 ч. Температура смеси поддерживается (20±1)° С, для чего используется комбинированная баня.

После одночасового перемешивания смесь должна быть однородной, если же в смеси оказались частицы нерастворившегося порошка, замешивание необходимо повторить.

Далее вязкость определяют на приборе ИВ-53 (ИВ-53М) согласно инструкции к прибору.

Согласно техническим условиям загущающая способность должна составлять от 5 до 30 000 пз (0,5—3000 Па·с).

## Глава 11

# ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ РАБОТ В АВТОЛАБОРАТОРИИ АЛ-4М

### ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ РАБОТ С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Все виды ионизирующих излучений оказывают вредное воздействие на организм человека. Альфа-излучение имеет малую проникающую способность и задерживается наружным слоем кожи. Защита от бета-излучений достигается применением защитных слоев толщиной 1 г/см$^2$ (защитные перчатки, очки и т. п.). Гамма-излучение является наиболее опасным при внешнем облучении. Попадая внутрь организма через органы дыхания, пищеварительный тракт или через поврежденную кожу, радиоактивные вещества могут накапливаться в отдельных органах, приводя к серьезным поражениям. Поэтому при работах с пробами, подозреваемыми на радиоактивное заражение продуктами ядерного взрыва, необходимо строго соблюдать требования безопасности. Все работы, в процессе которых может образоваться пыль (растирание, размокание сухих продуктов, пересыпка пылевидных проб и т. п.), должны проводиться в вытяжном шкафу при работающей вентиляции и в респираторах.

Приготовление радиоактивных препаратов для анализа необходимо производить в эмалированных кюветах, дно которых покрыто листом кальки. При работе с жидкими пробами дно кювет целесообразно покрывать калькой, поверх которой накладывается лист фильтровальной бумаги.

Наполнение пипеток жидкими пробами следует производить с помощью механических приспособлений (спринцовок резиновых, шприцов и т. д.). **Запрещается** засасывание исследуемых растворов в пипетку ртом.

Все работы необходимо производить в халатах, шапочках, в резиновых перчатках, а при опасности вдыхания пылевидных проб — в противогазах или респираторах.

Во всех случаях необходимо при себе иметь средства индивидуального дозиметрического контроля.

Отходы радиоактивных проб необходимо собирать в специальные стеклянные банки с притертой пробкой и периодически выносить и закапывать их в ямы. Тара с отходами должна располагаться не ближе 1 м от рабочего места.

При случайном рассыпании (разливе) радиоактивных зараженных проб (препаратов) следует немедленно собрать пробу с помощью кальки или фильтровальной бумаги, затем загрязненное место тщательно промыть раствором моющих средств и водой. Полноту дезактивации проверяют с помощью измерителя мощности дозы ДП-5В.

Лабораторные принадлежности (ступки, мельницы, тигли, ложки, пипетки и т. д.) после каждого их использования дезактивируют многократным промыванием водой, а в случае сильного заражения — раствором моющих средств или 10% растворами минеральных кислот с последующей промывкой водой.

Ежедневно по окончании работ с радиоактивными пробами лаборатория должна очищаться от радиоактивного загрязнения путем обработки столов, шкафов, стен кузова, пола и т. д. водой с мылом. Отсутствие загрязнений контролируется измерителем мощности дозы ДП-5В.

Обмундирование, халаты, шапочки по окончании работ тщательно очищают щеткой вне лаборатории. Руки должны быть тщательно вымыты щеткой с мылом.

При работах **категорически запрещаются** прием пищи и курение.

## ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ РАБОТ С ОТРАВЛЯЮЩИМИ ВЕЩЕСТВАМИ И ЯДАМИ

При работах с ОВ и ядами необходимо соблюдать требования безопасности. Отравляющие вещества и зараженные ими пробы должны храниться в склянках (банках) с пробками, размещаемых в железных коробках с активированным углем.

Все работы с зараженными пробами должны производиться в вытяжном шкафу при включенной вентиляции. При работе с ОВ руки должны быть защищены резиновыми перчатками, противогаз должен находиться в положении «наготове».

При работе с большими количествами ОВ надевают противогаз, защитный фартук или защитный плащ.

Во время работы на рабочем месте должны находиться необходимые дегазирующие растворы (табл. 9).

По окончании работ посуда немедленно дегазируется. В случае разлива или рассыпания ОВ или пробы, содержащей ОВ, их необходимо немедленно собрать фильтровальной бумагой или тампоном, а зараженное место продегазировать соответствующими дегазирующими растворами. Если ОВ или проба рассыпаны (разлиты) на полу лаборатории, ликвидацию аварии производят в противогазе. При попадании ОВ или ядов на открытые участки кожи каплю необходимо снять тампоном ваты, а зараженное место обработать раствором из противохимического пакета.

Все отходы при работе с зараженными пробами собирают в специальную стеклянную банку и после их дегазации закапывают в землю.

Таблица 9

**Необходимые дегазирующие растворы на рабочем месте**

| Дегазирующие растворы | ОВ, подвергающиеся дегазации |
|---|---|
| 3—5% водная суспензия ДТС ГК (срок годности 5 сут) | ОВ типа VX, иприты, люизит, зарин, зоман, вещества CS, CR, BZ (в воде) |
| 2% раствор ДТ-2 (срок годности 6 мес) | ОВ типа VX, иприты, люизит, вещество BZ, адамсит |
| 10% водный раствор едкой щелочи или аммиака (срок годности 1 год) | Зарин, зоман, вещество CS (в воде), фосген |
| 5—10% спиртовой раствор едкой щелочи (срок годности в герметичной таре 1 год) | Вещества BZ, CS, галоидцианы, хлорацетофенон, адамсит |
| 10% водный раствор двухвалентного железа (срок годности 1 мес) | Синильная кислота, цианиды |

Примечания: 1. Можно использовать табельные средства дегазации ИПП-8, ИДПС-69, рецептуры РД-2, РД-А СН-50 и т. д.

2. В условиях работы в АЛ-4М необходимо учитывать, что дегазирующие рецептуры могут вызывать коррозию и порчу оборудования и материалов внутри аналитического и подготовительного отделений.

## ПРАВИЛА ПОЖАРНОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

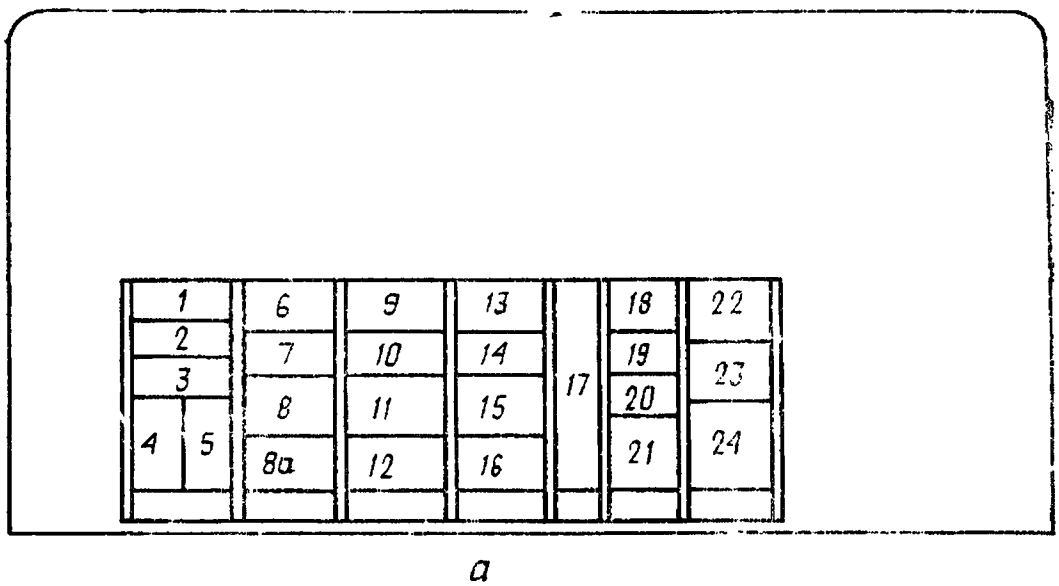
При работе в лаборатории необходимо строго соблюдать следующие правила пожарной безопасности:

содержать в полной готовности средства пожаротушения кошму, песок, углекислотные огнетушители;

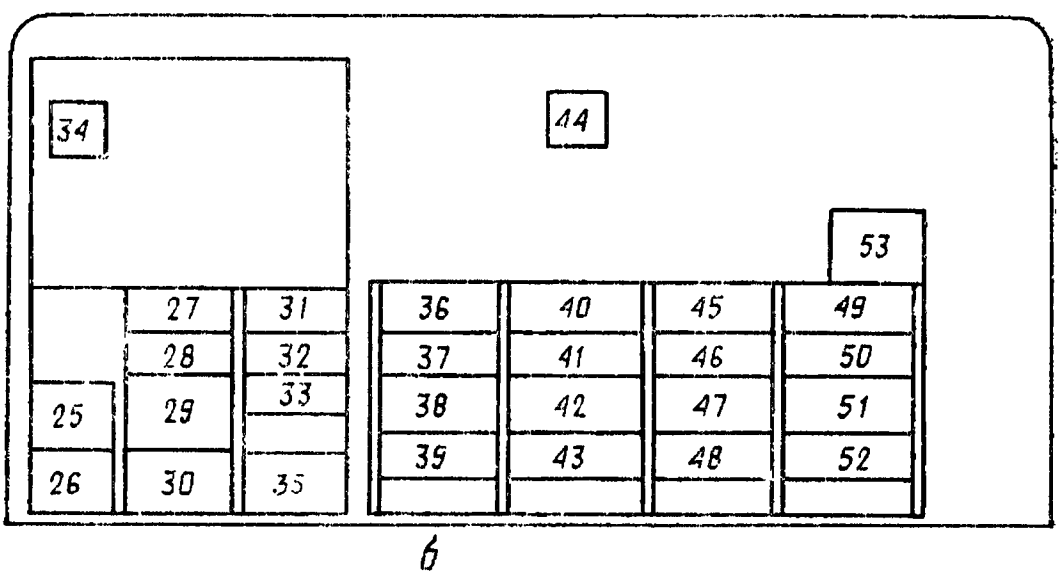
реактивы и оборудование после их использования устанавливать строго на свои места в соответствии с ведомостью поящичной укладки со схемой укладок лабораторного имущества (рис. 17 и 18);

при выполнении аналитических работ на рабочем месте должно быть минимальное количество легковоспламеняющихся растворителей (бензин, спирт, бензол и т. п.).

**Запрещается** оставлять без надзора включенные электронагревательные приборы и различные горючие отходы, совместное размещение и хранение хлораминов (ДТ-2), перекисей и минеральных кислот с горючими материалами (растворители, масла и т. п.), перманганата калия с глицерином.



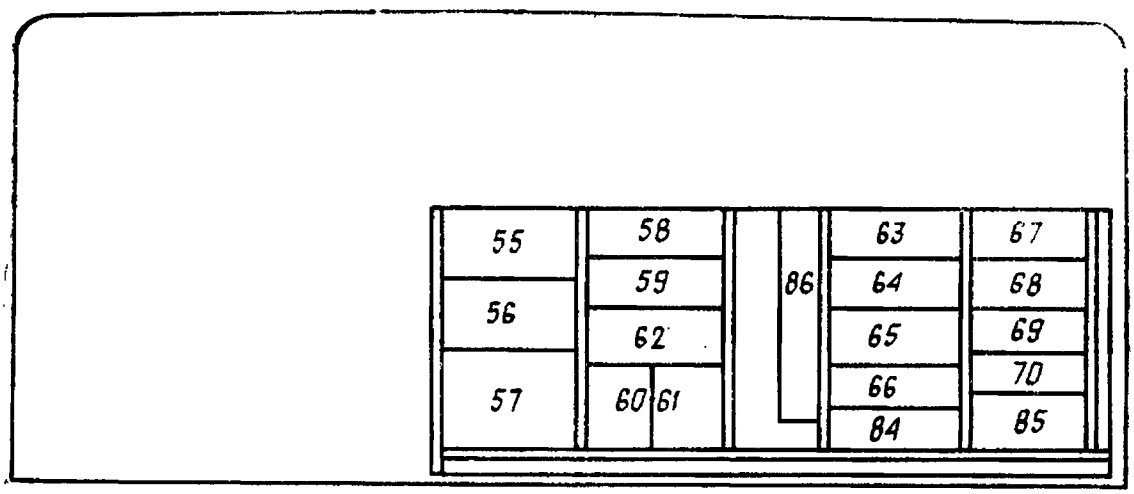

*а*



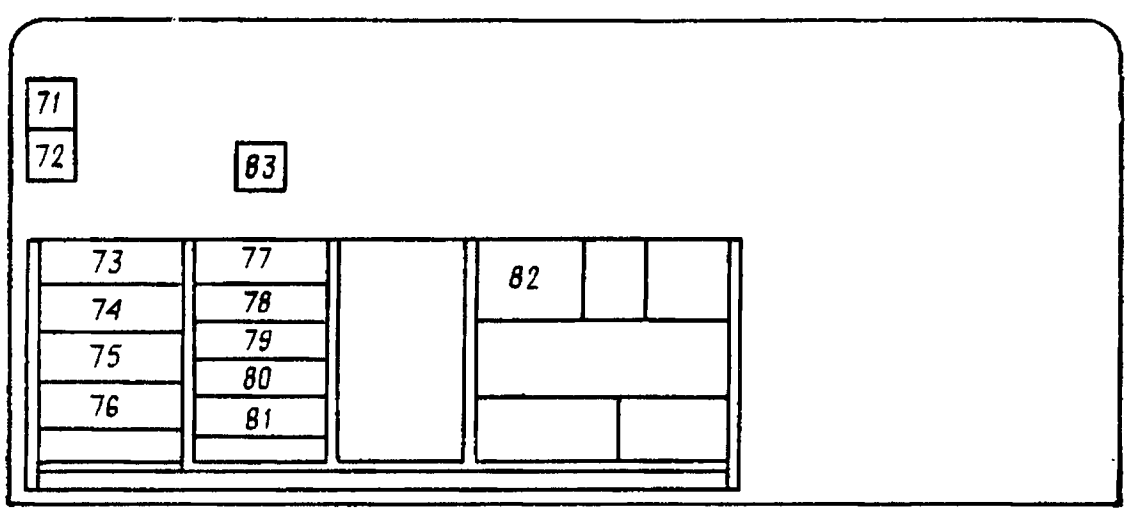

*б*

**Рис. 17.** Схема размещения ящиков и укладок автолаборатории АЛ-4М. Аналитическое отделение:

*а* — вид на левый борт; *б* — вид на правый борт




а




б

**Рис. 18.** Схема размещения ящиков и укладок автолаборатории АЛ-4М. **Подготовительное отделение:**

*а* — вид на левый борт; *б* — вид на правый борт

Глава 12

# ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИНДИКАТОРНЫХ БУМАЖЕК, ВАТЫ, РАСТВОРОВ

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИНДИКАТОРНЫХ БУМАЖЕК

**Приготовление индикаторных бумажек на бром.** Готовят 1% спиртовой раствор флуоресцеина. Полученным раствором пропитывают полоски фильтровальной бумаги и сушат на воздухе. Хранят бумажки в герметичной стеклянной таре (срок хранения 6 мес).

**Приготовление индикаторной бумаги на белок.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Реактив № 21 | А. о., ящ. 40, яч. 16 |
| Ацетон | А. о., ящ. 21, яч. 1—5 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Бумага фильтровальная | А. о., ящ. 9, яч. 2 |

Готовят раствор реактива № 21 в ацетоне с концентрацией 0,5 мг/мл и прибавляют к 20 мл указанного раствора 3 мл 0,2 н. раствора соляной кислоты при перемешивании. Раствор обесцвечивается. Обесцвеченным раствором пропитывают фильтровальную бумагу и высушивают ее на воздухе. Индикаторная бумага хранится в течение 1 года, индикаторные свойства не ухудшаются.

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

**Приготовление растворов для биохимической реакции.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Натрий тетраборнокислый | А. о., ящ. 41, яч. 33 |
| Кислота борная | А. о., ящ. 41, яч. 28 |
| Холинэстераза | А. о., ящ. 42, яч. 6 |
| Бутирилхолинйодид | А. о., ящ. 40, яч. 5—7 |
| Бромтимоловый синий | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Бумага индикаторная | А. о., ящ. 9, яч. 1 |

Раствор холинэстеразы в буфере. В 500 мл дистиллированной воды растворяют 0,45 г буры и 0,35 г борной

кислоты. В приготовленном буферном растворе растворяют навеску холинэстеразы из расчета получения раствора с концентрацией холинэстеразы 0,4—0,5 мг/мл, обеспечивающей время контроля $\tau_к$=4—7 мин. Рабочий раствор пригоден в течение 1 сут.

Раствор бутирилхолинйодида. 0,15 г бутирилхолинйодида растворяют в 20 мл дистиллированной воды. К полученному раствору приливают 10 мл раствора индикатора бромтимолового синего (водорастворимого), полученного путем растворения 0,1 г индикатора в 100 мл дистиллированной воды. Раствор бутирилхолинйодида пригоден в течение 1 сут.

Раствор стандарта. Готовят буферный раствор с pH=7. Для этого к 50 мл буферного раствора, приготовленного для растворения холинэстеразы, приливают 50 мл дистиллированной воды и вносят 900 мг борной кислоты. В полученном буферном растворе растворяют навеску бромтимолового синего из расчета получения концентрации индикатора 1 мг/мл (исходный раствор). Готовят рабочий раствор стандарта, для чего берут 0,82 мл исходного раствора и доводят его объем раствором буфера с pH=7 до 10 мл.

Рабочий раствор стандарта в количестве 2 мл заливают в колориметрическую пробирку. Раствор стандарта пригоден в течение 6 мес.

**Приготовление реактива на иприт (реактив № 7).**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Тимолфталеин . . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 16 |
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Натрия гидрат окиси . . . . . | А. о., ящ. 43, яч. 9 |

0,5 г тимолфталеина растворяют в 75 мл этилового спирта. К полученному раствору приливают 25 мл 0,1 н. водного раствора едкого натра (свежеприготовленного) и смесь хорошо перемешивают. Реактив хранят в стеклянной склянке с резиновой пробкой. Наличие углекислых солей (образуются при поглощении углекислого газа из воздуха) в реактиве снижает чувствительность к ипритам.

**Приготовление реактива № 14.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Индикатор кислотный . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 59 |
| Кислота уксусная . . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| Натрий уксуснокислый (ацетат натрия) | А. о., ящ. 40, яч. 48 |
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Кислота серная . . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 1 |

Реактив № 14 представляет собой 0,005% раствор кислого индикатора в буфере. Буферный раствор готовят путем смешения равных объемов водных растворов уксусной кислоты (5,8 мл

ледяной уксусной кислоты разбавляют водой до 500 мл) и ацетата натрия с концентрацией 27 мг/мл.

Подкисленный этиловый спирт готовят путем смешения 1 мл концентрированной серной кислоты и 99 мл этилового спирта.

**Приготовление бензольно-толуольного растворителя.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Бензол | А. о., ящ. 21, яч. 6—10 |
| Толуол | А. о., ящ. 21, яч. 11 и 12 |

Для приготовления бензольно-толуольного растворителя смешивают 450 мл бензола с 20 мл толуола. Реактив хранят в стеклянной банке с притертой пробкой до израсходования.

**Приготовление буфера борно-щелочного.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Калия гидрат окиси | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |
| Кислота борная | А. о., ящ. 41, яч. 28 |

Готовят буферный раствор с pH=8,5. Для этого 1,6 г едкого кали и 4,65 г борной кислоты растворяют в 180 мл дистиллированной воды. Срок годности — до исчезновения осадка.

**Приготовление раствора реактива № 19.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Реактив № 19 | А. о., ящ. 40, яч. 13 |
| Калий йодистый | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Йод | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Крахмал | А. о., ящ. 48, яч. 7 |
| Кислота серная | А. о., ящ. 5, яч. 1 |

Готовят водные растворы с концентрациями: реактива № 19 — 65 мг/мл, калия йодистого — 66,5 мг/мл, йода — 0,25 мг/мл, крахмала — 5 мг/мл.

Полученные растворы смешивают в равных объемах и подкисляют 0,05 н. раствором серной кислоты из расчета один объем кислоты на один объем смеси.

Полученный индикаторный раствор имеет синюю окраску и пригоден в течение 3 сут.

**Приготовление реактива на фтор.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Торий азотнокислый или цирконий | А. о., ящ. 40, яч. 62 |
| Ализариновый красный С | А. о., ящ. 40, яч. 1 |
| Кислота соляная | А. о., ящ. 4, яч. 2 |

Готовят два раствора: 0,1 г азотнокислого тория (циркония) в 500 мл дистиллированной воды и 0,1 г ализаринсульфокислого натрия (ализаринового красного С) в 500 мл дистиллированной

воды с прибавлением 1 н. раствора соляной кислоты до получения желтой окраски раствора.

Индикаторный реактив готовят смешением четырех объемных частей раствора ализаринсульфокислого натрия с тремя частями раствора азотнокислого тория (циркония).

Приготовленный реактив имеет вишневую окраску и пригоден в течение 2 сут.

**Приготовление палладиевого реактива.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Палладий двухлористый (хлористый) | А. о., ящ. 9, яч. 6 |
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Дихлорэтан . . . . . | А. о., ящ. 52, яч. 26 |

20 мг измельченного в тонкий порошок хлористого палладия растворяют в 20 мл этилового спирта. 1 мл полученного раствора переносят в склянку, добавляют 10 мл дихлорэтана и хорошо перемешивают. Реактив пригоден в течение суток (исходный раствор — 10 сут).

**Приготовление фосфорно-вольфрамового реактива.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Кислота фосфорно-вольфрамовая . . | А. о., ящ. 40, яч. 33 |
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |
| Кислота соляная . . . . . | А. о., ящ. 4, яч. 2 |

20 мг фосфорно-вольфрамовой кислоты растворяют в смеси, состоящей из 4 мл этилового спирта, 4 мл 1% водного раствора соляной кислоты и 4 мл дистиллированной воды. 1% раствор соляной кислоты готовят смешиванием 0,5 мл концентрированной соляной кислоты с 21 мл воды.

Реактив пригоден в течение 5 сут.

**Приготовление реактива на ацетилен.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Медь азотнокислая . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 39 |
| Аммиак водный . . . . . | А. о., ящ. 50, яч. 16 и 17 |
| Гидроксиламин солянокислый . . . | А. о., ящ. 41, яч. 5 |
| Желатин . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 22 и 23 |
| Спирт этиловый ректификованный . . | А. о., ящ. 19, яч. 1—18 |

0,5 г азотнокислой меди растворяют в 20 мл дистиллированной воды и прибавляют 2,5 мл 25% раствора аммиака. Полученный раствор смешивают с раствором, содержащим 2,3 г солянокислого гидроксиламина в 38 мл воды. К смеси приливают 4,5 мл 2% раствора желатина и 33 мл 96% этилового спирта.

Раствор желатина готовят следующим образом. Берут 5 мл воды, прибавляют 0,1 г желатина и выдерживают 2—3 ч. Затем

смесь нагревают на водяной бане при температуре 50—60° С до полного растворения желатина.

Все исходные растворы могут быть приготовлены заранее, а реактив — в день его использования.

**Приготовление реактива на азотистую кислоту.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Кислота сульфониловая . . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Кислота уксусная . . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 3 |
| α-Нафтиламин . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 52 |

Готовят два раствора: 0,5 г сульфаниловой кислоты в 150 мл 20% уксусной кислоты и 0,1 г α-нафтиламина (при кипячении) в 20 мл воды. Бесцветный раствор α-нафтиламина осторожно сливают с осадка и к раствору прибавляют 150 мл 20% уксусной кислоты. Реактив готовят перед его употреблением путем смешения равных объемов приготовленных растворов.

**Приготовление реактива на галоидциан.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Кислота барбитуровая . . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Пиридин . . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 39 |
| Кислота соляная . . . . . | А. о., ящ. 4, яч. 2 |

В мерную колбу вместимостью 100 мл к 4,5 г барбитуровой кислоты добавляют 20 мл дистиллированной воды, 22,5 мл пиридина и 3 мл концентрированной соляной кислоты. После перемешивания объем раствора доводят водой до метки и вновь перемешивают до растворения барбитуровой кислоты. Реактив пригоден в течение 5 сут.

**Приготовление реактива на аммиак.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Ртуть двуйодистая . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 58 |
| Калий йодистый . . . . . | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Едкое кали . . . . . | А. о., ящ. 48, яч. 2—4 |

10 г двуйодистой ртути растворяют в ступке с небольшим количеством дистиллированной воды (из предварительно отмеренных 100 мл) в кашицеобразную массу и количественно переносят в склянку. В склянку прибавляют 5 г йодистого калия. Смесь хорошо перемешивают до полного растворения двуйодистой ртути. В остатке воды от указанных 100 мл растворяют 20 г едкого кали и после охлаждения раствор щелочи прибавляют к первому раствору. Дают смеси отстояться в течение 2 сут, после чего прозрачный раствор сливают с осадка в оранжевую склянку с притертой пробкой.

В процессе хранения реактив подвержен порче, поэтому при его использовании проводят контрольную проверку. Для этого к водному раствору аммиака с концентрацией 0,005—0,01 мг/мл прибавляют несколько капель реактива. При этом раствор должен окраситься в желтый цвет или образоваться осадок такого же цвета.

**Приготовление групповых реактивов на алкалоиды.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Висмут азотнокислый . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 15 |
| Кислота соляная . . . . . | А. о., ящ. 4, яч. 2 |
| Калий йодистый . . . . . | А. о., ящ. 48, яч. 5 и 6 |
| Йод . . . . . | А. о., ящ. 52, яч. 30 |
| Ртуть двуйодистая . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 58 |

Раствор калий-висмут йодида (реактив Драгендорфа). Растворяют 0,8 г азотнокислого висмута в 50 мл дистиллированной воды, к раствору постепенно при перемешивании прибавляют 3 мл концентрированной соляной кислоты. В случае неполного растворения азотнокислого висмута прибавляют по каплям еще кислоты. К полученному раствору прибавляют раствор, содержащий 6,4 г йодистого калия в 40 мл дистиллированной воды. Смесь тщательно перемешивают и ее объем доводят водой до 100 мл. Полученный раствор хранят в оранжевой склянке в течение 5 сут.

Раствор йода в водном растворе йодистого калия (реактив Бушарда). 1,2 г йода растворяют в 100 мл 2% водного раствора йодистого калия. Раствор хранят в оранжевой склянке в течение 5 сут.

Раствор двуйодистой ртути в водном растворе йодистого калия (реактив Некрасова). 1,5 г йодистого калия растворяют в 3 мл дистиллированной воды. В полученном растворе растворяют 2,25 г двуйодистой ртути и доводят объем раствора до 25 мл. Раствор должен быть прозрачным. Раствор хранят в оранжевой склянке в течение 2 сут.

**Приготовление реактива Фелинга.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Медь сернокислая . . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 27 |
| Натр едкий . . . . . | А. о., ящ. 43, яч. 9 |
| Калий-натрий виннокислый . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 22 |

Готовят два исходных раствора: 8,5 г сернокислой меди в 125 мл дистиллированной воды; 43,5 г калия-натрия виннокислого (сегнетовой соли) и 12,5 г едкого натра в дистиллированной воде с разбавлением водой до объема 125 мл. Реактив готовят в момент его использования путем смешения равных объемов исходных растворов.

**Приготовление сцинтилляторов для альфа-датчика.**

Подложку сцинтиллятора тщательно очищают от загрязнений и следов жира, протирают ацетоном, а затем спиртом. В химический стакан наливают амилацетат слоем 0,5 см и немного раствора коллодия. Отвешивают около 120 мг светосостава № 9 и высыпают его в стакан с амилацетатом; смесь тщательно перемешивают до образования взвеси. Опускают на дно стакана подготовленную подложку и выжидают, пока светосостав не осядет на нее, а амилацетат испарится.

Правильно приготовленные сцинтилляторы не должны иметь отверстий в слое светосостава и утолщений по площади.

**Приготовление раствора реактива № 20.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Реактив № 20 . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 3 |
| Кислота азотная . . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 2 |

Для приготовления раствора реактива № 20 2,5 г реактива заливают 23,3 мл дистиллированной воды и при интенсивном перемешивании прибавляют по каплям 14 капель азотной кислоты.

Реактив хранится в течение 6 мес.

**Приготовление раствора реактива № 16.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Реактив № 16 . . . . . | А. о., ящ. 40, яч. 37 |
| Натр едкий . . . . . | А. о., ящ. 43, яч. 9 |
| Бромтимоловый синий (индикатор) . . | А. о., ящ. 41, яч. 39 |

Готовят водный раствор реактива № 16 с концентрацией 0,05 мг/мл. 5 мл полученного раствора нейтрализуют 0,05 н. раствором едкого натра в присутствии раствора бромтимолового синего (одна капля) до желто-зеленого цвета.

**Приготовление раствора реактива № 15.**

**Используемые реактивы**

| | |
|---|---|
| Реактив № 15 . . . . . | А. о., ящ. 41, яч. 31 |
| Бромтимоловый синий (индикатор) . . | А. о., ящ. 41, яч. 9 |
| Кислота уксусная . . . . . | А. о., ящ. 5, яч. 3 |

Растворяют 10—20 мг реактива № 15 в 1 мл дистиллированной воды. К полученному раствору прибавляют одну каплю 0,1% водного раствора бромтимолового синего и нейтрализуют 0,01 н. раствором уксусной кислоты до образования желто-зеленой окраски. Раствор годен в течение суток.

**Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 10 мг/мл.**

**Используемый реактив**

| | |
|---|---|
| Кислота соляная 1% . . . . . | А. о., ящ. 4, яч. 2 |

К 0,2 мл 1% соляной кислоты добавляют дистиллированную воду до общего объема 250 мл.

**Приготовление калия фталевокислого кислого**

**Используемый реактив**

Калий фталевокислый кислый . . . А. о., ящ. 40, яч. 57

Калий фталевокислый кислый в количестве 1—1,5 г сушат в сушильном шкафу на часовом стекле (в чашке Петри) до постоянной массы при температуре 110—120° С.

**Приготовление раствора индикатора кристаллического фиолетового.**

**Используемый реактив**

Индикатор кристаллический фиолетовый А. о., ящ. 40, яч. 37

Готовят 1% раствор индикатора кристаллического фиолетового в ледяной уксусной кислоте.

**Приготовление 0,1 н. раствора хлорной кислоты.**

**Используемый реактив**

Кислота хлорная . . . . . А. о., ящ. 5, яч. 3

В мерную колбу вместимостью 1000 мл вносят 950 мл ледяной уксусной кислоты, 11,5 мл 57% раствора хлорной кислоты, 40 мл уксусного ангидрида и тщательно перемешивают.

Коэффициент поправки ($K$) 0,1 н. раствора хлорной кислоты устанавливают по бифталату калия: к навеске бифталата калия, взятой с точностью 0,0001 г в коническую колбу вместимостью 10 мл, добавляют 3—5 мл ледяной уксусной кислоты и 20 мл уксусного ангидрида. Смесь энергично перемешивают до полного растворения бифталата и титруют приготовленным 0,1 н. раствором хлорной кислоты в присутствии одной капли раствора индикатора кристаллического фиолетового до перехода окраски из сине-зеленой в зеленую.

Коэффициент поправки рассчитывают по формуле

$$K = \frac{H}{0{,}020423V},$$

где $H$ — навеска бифталата калия, взятая для установления коэффициента поправки, г;

0,020423— количество бифталата калия, эквивалентное 1 мл точно 0,1 н. раствора хлорной кислоты, г;

$V$ — количество 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованное на титрование, мл.

Расчет ведется до третьего знака.

**Приготовление раствора реактива № 18.**

**Используемый реактив**

Реактив № 18 . . . . . А. о., ящ. 40, яч. 26

Готовят 1% раствор реактива № 18 на дистиллированной воде (1 г в 100 мл). Раствор пригоден в течение суток.

**Приготовление раствора железа (II) сернокислого.**

**Используемый реактив**

Железо (II) сернокислое 7-водное . . А. о., ящ. 41, яч. 6

К 2,5 г железа (II) сернокислого прибавляют 22,5 мл дистиллированной воды и смесь перемешивают. Реактив полностью не растворяется, допускается использование для анализа взвеси.

**Фосфорорганы**

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Плотность, кг/м³ | Температура кипения, °С, при | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | 4 | 6 | 9 |
| ОВ типа VX | Алкокси-S, β-диалкиламиноэтиловый эфир метилфосфоновой кислоты | —1 | —1,1 | — | — | — |
| Зоман | Пинаколиновый эфир фторангидрида метилфосфоновой кислоты | 182 | 1,0443 | 60,5—62 | 64—65 | 72—74 |
| Зарин | Изопропиловый эфир фторангидрида метилфосфоновой кислоты | 140 | 1,098 | — | 39 | — |
| Табун | Этиловый эфир диметиламидоцианфосфорной кислоты | 162 | 1,0820 | — | 103 | — |

## ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ, ЯДОВ И ФИТОТОКСИКАНТОВ

Таблица 1

**ческие ОВ**

| давлении, мм рт. ст. | | | | Температура плавления, °С | Максимальная концентрация пара, мг/л, при различных температурах, °С | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 10 | 12 | 24 | 760 | | 40 | 30 | 20 | 0 | —20 | —40 |
| — | — | — | Выше 300 | —50 | — | — | $1 \cdot 10^{-2}$ | — | — | $1 \cdot 10^{-5}$ |
| — | — | — | 168 | —50 | 9,34 | 5,59 | 2,71 | 0,43 | 0,069 | 0,012 |
| — | 45 | 60,5 | 151,5 | —54 | 53,3 | 28 | 14,5 | 2,08 | 0,54 | 0,104 |
| 103 | — | — | — | —40 | — | — | — | — | — | — |

Таблица 2

## Иприты

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Плотность, кг/м³ | Температура кипения при атмосферном давлении, °С | Температура плавления, °С | Температура кипения, °С, при давлении, мм рт. ст. | | | | | Упругость пара, мм рт. ст., при различных температурах, °С | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | 2 | 15 | 18 | 26 | 180 | −17,8 | 0 | 10 | 20 | 40 |
| Иприт | β, β′-Дихлордиэтилсульфид | 159 | 1,27 | 217 с разложением | 14,4 | — | 105 | 116 | 122 | 164 | 0,004 | 0,035 | 0,055 | 0,115 | 0,45 |
| Кислородный иприт | 2, 2-Ди-(2-хлорэтилтио)-диэтиловый эфир | 263,2 | 1,23 | — | — | 174 | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| Полуторный иприт | 1, 2-Ди-(2-хлорэтилтио)-этан | 219,2 | — | — | 54—55 | 140 | — | — | — | — | — | — | — | — | — |

Таблица 3

## Азотистые иприты

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Температура кипения при атмосферном давлении, °С | Температура плавления, °С | Плотность, кг/м³ | Упругость насыщенного пара при 20° С, мм рт. ст. | Температура кипения (°С) при давлении, мм рт. ст. | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | 5 | 10 | 14 | 15 | 20 |
| Азотистый иприт | Три-(β-хлорэтил)-амин | 204,5 | 230 с разложением | 4—4,5 | 1,23 | 0,00684 | — | — | — | 112 | 1378 |
| Азотистый иприт | *N*-Метилди-(β-хлорэтил)-амин | 156 | 190 с разложением | —60,5 | 1,15 | 0,4 | 64 | 79,9 | 85 | — | — |

Таблица 4

## Мышьяксодержащие ОВ

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Физическое состояние при обычных условиях | Температура кипения, °С | Температура плавления, °С | Плотность, кг/м³ | Упругость пара при 20° С, мм рт. ст. | Растворимость | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | в воде | в органических растворителях |
| Люизит | α-Люизит, β-Хлорвинилдихлорарсин β-Люизит, ди-(β-Хлорвинил)-хлорарсин γ-Люизит, три-(β-Хлорвинил)-арсин | 250 | Бесцветная или темная жидкость с запахом герани | 190 с разложением при атмосферном давлении | —17,2 | 1,89 | 0,04 | Плохая | Хорошая |
| Метилдихлорарсин | | 160,86 | Бесцветная жидкость со своеобразным запахом | 134,5 | —59 | 1,835 | 7,7 | 30 г в 100 мл | Хорошая |
| Этилдихлорарсин | | 174,88 | Бесцветная жидкость | 155,3 | —60 | 1,659 | 2,09 | 5 г в 100 мл | Хорошая |

*Окончание табл. 4*

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Физическое состояние при обычных условиях | Температура кипения, °С | Температура плавления, °С | Плотность, кг/м³ | Упругость пара при 20° С, мм рт. ст. | Растворимость | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | в воде | в органических растворителях |
| Фенилдихлорарсин | | 222,91 | Бесцветная маслянистая жидкость с неприятным запахом | 257 | —20 | 1,625 | 0,021 | Нерастворим | Хорошая |
| Дифенилцианарсин | | 255 | Бесцветные кристаллы | 346 | 31,5 | 1,316 при 52° С | 0,0002 | Очень плохая | Хорошая |
| Дифенилхлорарсин | | 264,5 | Белые кристаллы с запахом лука | 333 с разложением | 43,5 | 318 | 0,00049 | 0,2 г в 100 мл | Хорошая |
| Мышьяковистый водород | | 77,93 | Бесцветный газ с неприятным чесночным запахом | 62,1 | —116,3 | 2,66 | 13,7 | 1 : 5 газ и вода | Хорошая |

Таблица 5

**Общеядовитые, удушающие и раздражающие отравляющие вещества, яды и фитотоксиканты**

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Температура кипения, °С | Температура плавления, °С | Плотность, кг/м³ | Упругость пара при 20° С, мм рт. ст. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Синильная кислота | Нитрил муравьиной кислоты | 27,02 | 26 | —13,9 | 0,6884 | 607 |
| Хлорциан | Хлорангидрид циановой кислоты | 61,48 | 13 | —6,5 | 1,98 | 1347 |
| Фосген | Полный хлорангидрид угольной кислоты | 98,92 | 8,3 | —104 | Плотность паров по воздуху 3,4 | 1180 |

*Окончание табл. 5*

| Условное название | Химическое название | Молекулярная масса | Температура кипения, °С | Температура плавления, °С | Плотность, кг/м³ | Упругость пара при 20° С, мм рт. ст. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Дифосген | Трихлорметнловый эфир хлоругольной кислоты | 197,85 | 128 | —57 | 1,66 | 10,3 |
| Окись углерода | | 28,011 | Бесцветный газ | —191,3 конденсируется в жидкость | 0,793 | |
| Хлорпикрин | Трихлорнитрометан | 164,39 | 112 | | 1,65 | 18,3 |
| Хлорацетофенон | Фенилхлорметилкетон | 154,59 | 246 | 58,5 | 1,32 | 5,2 |
| Бромбензилциа-нид | | 196 | 132—134 при остаточном давлении 12 мм рт. ст. | | 1,52 | |
| Адамсит | 10-хлор-5,10-дигидро-фенарсазин | 277,42 | 410 | 193—195 | 1,65 | |
| Вещество BZ | Хинуклидиниловый эфир бензиловой кислоты | 337 | 320 | 165 | 1,33 | |
| Вещество CR | Дибензоксазепин | 195 | 300 | 72—73 | 1,2267 | |
| Вещество CS | *О*-Хлорбензальмалоно-динитрил | 188,5 | 310—315 | 95 | 1,04 | |
| Алкалоиды | Являются производными: пиридина, тропана, изохинолина, индола, пурина, хинолина; соединений с конденсированными кольцевыми системами. Ограничено растворимы в воде и растворимы в органических растворителях | | | | | |
| Соли тяжелых металлов | Соли бария, свинца, ртути, меди, мышьяка, сурьмы, олова, таллия. Используются для заражения питьевой воды | | | | | |
| Фитотоксиканты | Химические средства уничтожения растительности. Относятся производные галоидфеноксиуксусных и 4-амино- 3, 5, 6-трихлорпиколиновой кислот, а также вещества типа 4, 4′-диметилдипиридилия и соединения мышьяка (какодиловая кислота) | | | | | |

## ТОКСИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

К отравляющим веществам **нервно-паралитического действия** относятся фосфорорганические отравляющие вещества: **зарин, зоман, VX.**

Фосфорорганические отравляющие вещества легко проникают в организм человека через дыхательные пути, кожу, слизистые оболочки глаз и желудочно-кишечный тракт. Симптомы отравления возникают немедленно или спустя несколько минут после попадания ОВ в организм и быстро нарастают. При воздействии ФОВ в парообразном состоянии сначала появляются ощущения тяжести в груди («загрудинный эффект») и сужение зрачков (миоз). При более тяжелых поражениях возникает ощущение удушья, появляются головная боль, тошнота, иногда рвота и кашель со слизистой мокротой. При сильном миозе полностью утрачивается реакция на свет. Дальнейшее поступление ОВ в организм усиливает отмеченные симптомы. Дыхание становится затрудненным, поверхностным и учащенным. Появляются цианоз, слюнотечение и судороги. При кожно-резорбтивном воздействии ФОВ первые симптомы отравления возникают обычно через 15—20 мин. При приеме внутрь зараженной воды и пищи обычно симптомы отравления возникают через 5—15 мин: вначале появляются слюнотечение, тошнота и болезненные спазмы в животе, после чего наступают рвота и понос; в дальнейшем развиваются бронхоспазм и судороги.

К отравляющим веществам **кожно-нарывного действия** относятся: иприт (азотистый иприт и различные рецептуры) и люизит.

**Иприт** (сернистый) относится к ОВ с многосторонним физиологическим действием, одной из характерных особенностей которого является поражение в капельно-жидком и парообразном состояниях кожи и глаз.

Вдыхание паров иприта вызывает тяжелые поражения верхних дыхательных путей и легких. Попадание иприта внутрь вызывает поражение органов пищеварения и общее отравление организма. Общее отравление характеризуется поражением сердечно-сосудистой, нервной систем и другими явлениями. При попадании капельно-жидкого иприта на кожу происходит ее поражение различной степени. Характерным для действия иприта является наличие скрытого периода продолжительностью от 2 до 24 ч в зависимости от количества ОВ и индивидуальных особенностей пострадавшего.

Физиологическая картина поражений азотистыми ипритами аналогична поражениям сернистым ипритом. Особенностью кожных поражений азотистыми ипритами является ощущение зуда пораженных участков кожи.

**Люизит** обладает кожно-нарывным, общеядовитым и раздражающим действиями. Общеядовитое действие проявляется при любом виде аппликации.

Первым признаком отравления парообразным люизитом является раздражение слизистой оболочки носоглотки, вызывающее чихание и кашель. В дальнейшем появляются боли в груди, тошнота, головные боли, и общая слабость. При отравлении большим количеством люизита появляются судороги вследствие паралича центральной нервной системы, теряется сознание и наступает смерть. Парообразный и особенно жидкий люизит поражает кожные покровы с образованием язв. Поражение люизитом, в отличие от поражения ипритом, протекает без скрытого периода.

К отравляющим веществам **общеядовитого действия** относятся синильная кислота и хлорциан.

**Синильная кислота** — быстродействующий яд, физиологическое действие ее (а также цианидов) заключается в блокировании железосодержащих ферментов, катализирующих внутриклеточные окислительные процессы. Легкая степень поражения характеризуется ощущением металлического вкуса и жжения во рту, слюнотечением, чувством онемения языка и появлением беспокойства.

**Хлорциан** обладает общеядовитым действием, напоминающим действие синильной кислоты, а также резко выраженным раздражающим действием на глаза и верхние дыхательные пути. По токсичности хлорциан уступает синильной кислоте.

**Фосген** относится к отравляющим веществам **удушающего действия.** Он вызывает отек легких. Особенностью отравления фосгеном является наличие скрытого периода действия. Симптомы поражения проявляются обычно через 6—10 ч после воздействия ОВ: появляется кашель, одышка, развивается отек легких.

**Вещество BZ** относится к отравляющим веществам **психотомиметического действия.** BZ вызывает расстройство вегетативной нервной системы и нарушение функции головного мозга.

Начальные поражения характеризуются вегетативными расстройствами: гиперемия лица, головная боль и боль в области глаз, головокружение, боль в области сердца. Более тяжелые поражения характеризуются психическими расстройствами: иллюзорные переживания, затруднение мышления, замедление психических процессов.

**Вещества CS** и **CR** относятся к отравляющим веществам **раздражающего действия.** При действии на организм веществ CS и CR наблюдаются следующие симптомы: сильное жжение глаз, обильное слезотечение, кашель, затрудненное дыхание, самопроизвольное закрывание глаз, жжение на влажной коже, насморк. При высоких концентрациях — тошнота и рвота. После выхода из зараженной атмосферы через 5—10 мин симптомы раздражения проходят.

**Адамсит** — отравляющее вещество раздражающего действия. При вдыхании аэрозолей адамсита происходит раздражение верхних дыхательных путей, что вызывает сильный кашель, чихание, насморк. Помимо указанных явлений могут появляться сильные боли в груди, головные боли, тошнота и другие признаки общего отравления.

**Алкалоиды** обладают сильным физиологическим действием. Токсикологическое действие алкалоидов характеризуется главным образом расстройствами нервной системы.

**Соли тяжелых металлов.** Наибольшую токсичность проявляют соединения мышьяка, ртути, свинца, меди.

Соединения мышьяка. Очень ядовиты как неорганические, так и органические соединения мышьяка. При попадании мышьяка в желудок примерно через час пострадавший ощущает металлический привкус, появляются сильная рвота, боли в области живота, понос, бледность кожных покровов. При больших дозах наблюдается паралитическая форма отравления: общая слабость, потеря сознания, судороги.

Соли ртути. Попадание солей ртути в организм вызывает поражение желудочно-кишечного тракта, почек, печени. Симптомы отравления: металлический привкус, боли в желудке, сильная рвота и понос с кровью.

Соли свинца. Соединения свинца обладают кумулятивным действием. При попадании солей свинца в организм человека появляются резкие боли в животе, носящие разлитой и схваткообразный характер: наблюдаются рвота, головные боли, бессонница.

Соли меди. При попадании соединений меди в желудок вскоре наблюдаются тошнота, рвота, боли в животе, понос. В тяжелых случаях отмечаются ослабление дыхания и сердечной деятельности, судороги, потеря сознания.

Соли тяжелых металлов при попадании в желудочно-кишечный тракт могут вызвать отравления различной тяжести.

**Фитотоксиканты.** Для человека и животных эти вещества среднетоксичны. Признаки поражения фитотоксикантами проявляются в соответствии с классами, к которым относятся данные соединения (ФОС, мышьяксодержащие соединения и т. п.).

*ПРИЛОЖЕНИЕ 3*

Форма 1

## ФОРМАЛИЗОВАННЫЕ ДОКУМЕНТЫ

### Журнал регистрации проб

| № п/п | Поступление пробы | | Вид пробы | Кто доставил пробу (звание, фамилия) | Номер регистрационной карточки | Примечание (основные данные донесения) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Дата | Время | | | | |
| | | | | | | |

Форма 2

### Журнал регистрации радиометрических анализов

| № п/п | Номер регистрационной карточки | Номер пробы | Вид пробы | Препарат измерен | | Степень заражения пробы, А/кг (мР/ч) | | Возраст ПЯВ | Примечание |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | Дата | Время | Ведро | Котелок | | |
| | | | | | | | | | |

Форма 3

**Регистрационная карточка проб**

1. Проба № _____
2. Вид пробы
3. Зарегистрировано в журнале за № _____
4. Препарат № _____
5. Фон, имп/мин.
6. Тонкослойный препарат **без фильтра**:
   скорость счета импульсов от препарата с фоном с учетом разрешающей способности установки ($N_0$), имп/мин;
   скорость счета от препарата без фона ($N$), имп/мин.
7. Толстослойный препарат с фильтром.
8. Толстослойный препарат без фильтра:
   скорость счета от препарата с фоном с учетом разрешающей способности установки, имп/мин;
   скорость счета от препарата без фона, имп/мин.
9. Тонкослойный препарат с **фильтром** 260 мг/см$^2$:
   скорость счета импульсов от препарата с фоном с учетом разрешающей способности установки, имп/мин;
   скорость счета импульсов от препарата за **вычетом** фона, имп/мин.
10. Степень заражения пробы, мКи/кг (Ки/кг).
11. Возраст радиоактивных ПЯВ, сут.

Измерение проверил _____
(время, подпись)

« _____ » _____ 19 _____ г.

Заключение

Начальник лаборатории _____
**(подпись)**

« _____ » _____ 19 _____ г.

## Журнал регистрации химических анализов

| № п/п | Номер пробы по журналу регистрации проб | Вид пробы | Результаты химического анализа | Примечание |
|---|---|---|---|---|
| | | | | |

## ПОРЯДОК ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ С ПОМОЩЬЮ ИНДИКАТОРНЫХ ТРУБОК

| Маркировка и назначение индикаторной трубки | Окраска наполнителя до воздействия ОВ | Порядок работы с индикаторными трубками | Окраска наполнителя от паров ОВ, для которых трубка предназначена | Окраска наполнителя от других ОВ | Окраска наполнителя от мешающих примесей |
|---|---|---|---|---|---|
| ИТ-44, красное кольцо с красной точкой, для определения ФОВ | Белая | Взять две трубки, надпилить их концы и вскрыть по надпилам. Специальным ампуловскрывателем разбить верхние ампулы обеих трубок, взять трубки за концы с маркировкой и энергично наотмашь встряхнуть 2—3 раза. Опытную трубку немаркированным концом вставить в гнездо насоса и сделать 5—6 качаний при определении ОВ в опасных концентрациях ($5 \cdot 10^{-5}$ мг/л и выше) или 30—40 качаний при определении ОВ в безопасных концентрациях ($5 \cdot 10^{-7} — 1 \cdot 10^{-6}$ мг/л). Затем ампуловскрывателем разбить нижнюю ампулу вначале в опытной трубке и после ее встряхивания разбить нижнюю ампулу в контрольной трубке, через которую воздух не прокачивают. При определении ОВ в безопасных концентрациях нижние ампулы трубок разбить через 2—3 мин после окончания прососа воздуха через опытную трубку | К моменту образования желтой окраски в контрольной трубке красный цвет наполнителя опытной трубки указывает на наличие ОВ, желтый — на отсутствие ОВ в указанных концентрациях | — | Пары веществ основного характера вызывают аналогичное изменение окраски трубки. Кислые пары приводят к более быстрому изменению окраски в опытной трубке, чем в контрольной |

| Маркировка и назначение индикаторной трубки | Окраска наполнителя до воздействия ОВ | Порядок работы с индикаторными трубками | Окраска наполнителя от паров ОВ, для которых трубка предназначена | Окраска наполнителя от других ОВ | Окраска наполнителя от мешающих примесей |
|---|---|---|---|---|---|
| ИТ-51, красное кольцо с двумя красными точками, для определения ФОВ | Белая | Взять трубку, надпилить ее концы и вскрыть по надпилам. Вставить трубку немаркированным концом в коллектор насоса и сделать 25—30 качаний насосом ВПХР (30 с прососа прибором ППХР или ПГО-11) при обнаружении ОВ в опасных концентрациях ($5 \cdot 10^{-5}$ мг/л и выше) или 50—60 качаний ВПХР (1 мин прососа ППХР или ПГО-11) при обнаружении безопасных концентраций ($5 \cdot 10^{-7} — 1 \cdot 10^{-6}$ мг/л). Затем ампуловскрывателем вскрыть первую ампулу с бесцветным раствором и энергично наотмашь встряхнуть 2—3 раза.<br>Выдержать трубку в течение 30 с (2—3 мин при обнаружении безопасных концентраций), вскрыть вторую ампулу с раствором малинового цвета и после встряхивания наблюдать за изменением окраски слоев наполнителя | Сохранение малиновой окраски первого слоя наполнителя (со стороны маркировки) к моменту достижения фиолетовой или синей окраски третьего слоя указывает на наличие ОВ.<br>Одновременное изменение окраски первого и третьего слоев наполнителя до фиолетовой или синей указывает на отсутствие ОВ. Окраску второго (промежуточного) слоя наполнителя во внимание не принимают | Люизит и дифосген (в больших концентрациях) вызывают появление аналогичного индикационного эффекта | Пары фтористого водорода, хлора, хлорциана, маскирующие дымы шашек А-6 и А-12 в условиях высокой задымленности (при использовании ИТ без ПДФ) вызывают появление аналогичного индикациоиного эффекта |

| Маркировка и назначение индикаторной трубки | Окраска наполнителя до воздействия ОВ | Порядок работы с индикаторными трубками | Окраска наполнителя от паров ОВ, для которых трубка предназначена | Окраска наполнителя от других ОВ | Окраска наполнителя от мешающих примесей |
|---|---|---|---|---|---|
| ИТ-36, желтое кольцо, для определения иприта | Лимонно-желтая, при прокачивании незараженного воздуха — желтая | Вскрыть трубку, вставить в насос, сделать 60 качаний и через 1 мин сравнить образовавшуюся окраску с эталоном на кассетной этикетке | Красная | Азотистые иприты (в больших концентрациях) дают аналогичный эффект. Фосген и дифосген — зеленая, мышьяковистый водород — от желтой до буро-коричневой | Металлохлоридные дымы — от желто-коричневой до темно-зеленой; окислы азота, пары горючего — от светло-коричневой до коричневой; аммиак — светло-зеленая |
| ИТ-13-37, два желтых кольца, для определения трихлортриэтиламина | Белая | Вскрыть трубку, вставить в насос, сделать 60 качаний, разбить ампулу, встряхнуть и сравнить окраску наполнителя трубки с цветным эталоном на кассетной этикетке | Красная | ОВ типа VX — красная | Выпускные газы двигателей — от желтой до коричневой; окислы азота — от желтой до коричневой; пиридин, НДМГ, ксилидин — красная |
| ИТ-13-37, три желтых кольца, для определения люизита | Белая | Вскрыть трубку, вставить в насос, сделать 60 качаний, разбить ампулу, встряхнуть и сравнить окраску наполнителя трубки с цветным эталоном на кассетной этикетке | Красная | Хлорацетофенон — желто-коричневая | Металлохлоридный дым — серая |
| ИТ-45, три зеленых кольца, для определения синильной кислоты, хлорциана и фосгена | Белая | Вскрыть трубку, разбить ампулу, вставить трубку немаркированным концом в насос и сделать 10—15 качаний, сравнить окраску наполнителей с цветным эталоном на кассетной этикетке | Фосген (дифосгеи) — сиие-зеленая, синильная кислота, хлорциаи — красно-фиолетовая | Верхний слой: адамсит, хлорпикрин — от желтой до оранжевой; нижний слой: хлорпикрин — желто-оранжевая | Верхний слой: окислы азота, соляная кислота — от желтой до желто-зеленой; нижний слой: окислы азота — красно- |

| Маркировка и назначение индикаторной трубки | Окраска наполнителя до воздействия ОВ | Порядок работы с индикаторными трубками | Окраска наполнителя от паров ОВ, для которых трубка предназначена | Окраска наполнителя от других ОВ | Окраска наполнителя от мешающих примесей |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | или оранжево-розовая | вато-фиолетовая; металлохлоридный и антраценовый дым — красновато-оранжевая |
| ИТ-28, три черных кольца, для определения окиси углерода | Белая | Вскрыть трубку, вставить немаркированным концом в насос, сделать 30 качаний, сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | Зеленовато-синяя | | Выпускные газы, бензин — грязновато-зеленовато-синяя |
| ИТ-15-30, белое кольцо, для определения хлорацетофенона | Белая | Вскрыть трубку, вставить в насос, сделать 30 качаний, разбить ампулу, встряхнуть трубку и сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | От розовой до малиновой | — | Металлохлоридный и антраценовый дымы — от светло-желтой до коричневой; пары бензина, керосина — желтовато-розовая, ацетона — малиновая |
| ИТ-24, два черных кольца, для определения мышьяковистого водорода | Белая | Вскрыть трубку, вставить немаркированным концом в насос, сделать 15 качаний, сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | От желтой до коричневой | Фосфористый водород — от желтой до коричневой | Металлохлоридный дым — серая (верхний слой); выпускные газы двигателей — оранжево-коричневая; сероводород — от желтой до коричневой |

| Маркировка и назначение индикаторной трубки | Окраска наполнителя до воздействия ОВ | Порядок работы с индикаторными трубками | Окраска наполнителя от паров ОВ, для которых трубка предназначена | Окраска наполнителя от других ОВ | Окраска наполнителя от мешающих примесей |
|---|---|---|---|---|---|
| ИТ-15-30, два белых кольца, для определения адамсита | Белая | Вскрыть трубку, вставить в насос, сделать 30 качаний, разбить ампулу, встряхнуть трубку и сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | Зеленая | — | Металлохлоридный дым — от желтой до коричневой; дым антраценовых шашек — желто-зеленая, пары бензина — от желтой до коричневой |
| ИТ-46, коричневое кольцо, для определения BZ | Белая | Вскрыть трубку, вставить немаркированным концом в насос, сделать 60—200 качаний, разбить ампулу, встряхнуть трубку и сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | Зеленовато-синяя | Адамсит — от розовой до красной | Дым антраценовых шашек — желто-зеленая |
| ИТ-47, три белых кольца для определения вещества CS | Белая | Вскрыть трубку, вставить немаркированным концом в насос, сделать 20—25 качаний, разбить ампулу, встряхнуть трубку и через 1 мин сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | От розовой до красной | Синильная кислота, хлорциан — от розовой до красной | Антраценовый дым, НДМГ — от розовой до красной |
| ИТ-49, три белых кольца с точкой, для определения CS | Лимонно-желтая | Вскрыть трубку, разбить ампулу, встряхнуть и вставить немаркированным концом в коллектор насоса. Прососать воздух ППХР 30—35 с или ВПХР 25—30 качаний:<br>при появлении окраски, близкой к окраске образца «малоопасно», продолжить просасывание до 3 мин или 150—160 качаний. Окраску сравнить с окраской образца «опасно»; | Оранжевая | Фосген и люизит (в больших концентрациях) вызывают появление аналогичного индикационного эффекта | Пары фтористого водорода, хлористого водорода, хлора, металлохлоридные и нейтральные дымовые смеси в условиях сильной задымленности вызывают появление анало- |

| Маркировка и назначение индикаторной трубки | Окраска наполнителя до воздействия ОВ | Порядок работы с индикаторными трубками | Окраска наполнителя от паров ОВ, для которых трубка предназначена | Окраска наполнителя от других ОВ | Окраска наполнителя от мешающих примесей |
|---|---|---|---|---|---|
| | | при отсутствии окраски продолжить просасывание до 3 мин или 150—160 качаний. Окраску сравнить с окраской образца «малоопасно». Одна трубка может использоваться до 5 раз: в течение 10 ч при концентрации «малоопасно» (после исчезновения окраски наполнителя) и в течение 5 сут при отсутствии CS | | | гичного индикационного эффекта. Пыль маскирует индикационный эффект |
| ИТ-48, два белых кольца с белой точкой для определения вещества CR | Белая | Прососать воздух (6 мин ППХР или 200 качаний ВПХР), разбить верхнюю ампулу, встряхнуть трубку и вытереть ампуловскрыватель. Через 40 с разбить нижнюю ампулу и снова встряхнуть трубку. Сравнить окраску наполнителя с цветным эталоном на кассетной этикетке | От желтой до оранжевой | — | Ксилиды, дым на основе красного фосфора — от желтой до оранжевой |

*ПРИЛОЖЕНИЕ 5*

## ИЗМЕНЕНИЕ ОКРАСКИ ИНДИКАТОРНЫХ БУМАЖЕК ОТ ВОЗДЕЙСТВИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В КАПЕЛЬНО-ЖИДКОМ СОСТОЯНИИ

| Назначение бумажки и ее шифр | Первоначальная окраска бумажек | Окраска бумажек от отравляющих веществ | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | VX | Зоман | Зарин | Табун | Иприт | Люизит | Смесь иприта с люизитом | Азотистый иприт |
| ИБ-1а | Ярко-желтая | Малиновая | Нет | Нет | Нет | Нет | Нет | Нет | Нет |
| На люизит К-7а | Светло-фиолетовая | Нет | Темно-синяя | Фиолетовая | Темно-фиолетовая | Зеленая (в центре обесцвечивание) | Зеленое пятно с фиолетовым ободком | Зеленое пятно с фиолетовым ободком | Темно-фиолетовая |
| На иприт КУ-1 | Желтая | Нет | Оранжевая | Оранжевая | Оранжевая | Кроваво-красная | Слабое позеленение | Красная | Медленно образующееся красное окрашивание |
| На азотистый иприт № 570 | Желтая | Вишневая | Нет | Нет | Красная | Нет | Нет | Нет | Вишневая |

Примечание. Технические ОВ (окрашенные в темные цвета) могут окрашивать бумажки в темные цвета, маскирующие характерную для чистых отравляющих веществ окраску.

## ВАРИАНТЫ СИТУАЦИЙ, ВОЗНИКАЮЩИЕ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ГРУППОВЫХ РЕАКЦИЙ ИНДИКАЦИИ, И ИХ ОЦЕНКА

| Показания групповых реакций | | | | | Возможное присутствие веществ в анализируемой пробе |
|---|---|---|---|---|---|
| Биохимическая реакция | | | | | |
| Исследуемый раствор | Показания | Реакция с кислотным индикатором | Реакция с реактивом на иприты | Реакция определения мышьяксодержащих веществ по мышьяковистому водороду | |
| Неразбавленный | + | + | | | VX, алкалоиды (типа эзерина) |
| Разбавленный в 1000 раз | + | | | | |
| Неразбавленный | + | + | — | — | Вещество BZ, алкалоиды |
| Разбавленный в 1000 раз | — | | | | |
| Неразбавленный | + | — | — | — | Зарин, зоман |
| Разбавленный в 1000 раз | + | | | | |
| Неразбавленный | + | — | — | — | VX |
| Разбавленный в 1000 раз | — | | | | Зарин, зоман, алкалоиды типа эзерин |
| Неразбавленный | + | — | + | — | Азотистый иприт |
| Разбавленный в 1000 раз | — | | | | |
| Неразбавленный | — | + | — | — | Вещество BZ, алкалоиды |
| Неразбавленный | — | — | + | — | Иприты |
| Неразбавленный | — | — | — | + | Мышьяксодержащие ОВ |

Примечание. Знаком (+) показано наличие индикационного эффекта, знаком (—) — отсутствие индикационного эффекта.

## ПЕРЕЧЕНЬ РАСТВОРОВ (РЕАКТИВОВ), КОТОРЫЕ МОГУТ БЫТЬ ПРИГОТОВЛЕНЫ ЗАРАНЕЕ

| Раствор (реактив) | Страницы настоящего Руководства | Сроки годности реактивов, год |
|---|---|---|
| Раствор буфера для холинэстеразы | 101 | 1 |
| Раствор стандарта для биохимической реакции | 101 | 0,5 |
| Раствор индикатора бромтимолового синего | 101 | 1 |
| Реактив на иприты № 7 | 102 | 2 |
| Раствор реактива № 14 | 102 | 1 |
| Исходные растворы для реактива на ацетилен | 104 | 0,5 |
| Групповые реактивы на алкалоиды | 106 | 2 |
| Исходные растворы для реактива на фтор | 103 | 5 |

# ЗНАЧЕНИЯ ПОПРАВОЧНЫХ КОЭФФИЦИЕНТОВ, УЧИТЫВАЮЩИХ СТЕПЕНЬ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ОТРАВЛЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ РАСТВОРИТЕЛЕМ ИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Таблица 1

**Поправочный коэффициент при извлечении ФОВ петролейным эфиром**

| Продукт | Коэффициент *К* | | |
|---|---|---|---|
| | Зарин | Зоман | VX |
| Мука пшеничная | 0,9 | 0,9 | 0,8 |
| Мука ржаная | 0,7 | 0,5 | 0,3 |
| Хлеб ржаной | 0,9 | 0,8 | 0,1 |
| Пшено | 0,95 | 0,9 | 0,9 |
| Крупа гречневая | 0,6 | 0,6 | 0,1 |
| Крупа перловая | 0,8 | 0,8 | 0,6 |
| Макароны | 0,9 | 0,8 | 0,8 |
| Сухари ржаные | 0,8 | 0,8 | 0,1 |
| Соль поваренная | 0,9 | 0,8 | 0,1 |
| Масло сливочное | 0,7 | 0,6 | 0,4 |
| Мясо говяжье | 0,3 | 0,3 | 0,02 |
| Сельдь | 0,3 | 0,5 | 0,1 |
| Треска | 0,2 | 0,6 | 0,1 |
| Сахар-песок | | 0,9 | 0,1 |

Таблица 2

**Поправочные коэффициенты при извлечении иприта**

| Продукт | Растворитель | Коэффициент *К* |
|---|---|---|
| Пшеница, рожь, крупы: пшеничная, гречневая, перловая, рисовая, кукурузная | Петролейный эфир | 0,5 |
| Соль, сахар | Петролейный эфир | 0,8 |
| Говядина, треска, хек | Петролейный эфир | 0,5 |
| Хлеб ржаной, пшеничный, сухари ржаные | Ацетонитрил | 0,5 |
| Масло сливочное, маргарин | Ацетонитрил (двукратное извлечение) | 0,9 |
| Жир свиной, растительное масло | То же | 0,6 |

**Поправочные коэффициенты при извлечении вещества BZ из различных продуктов хлороформом**

| | |
|---|---|
| Мука | 0,4 |
| Рис | 0,6 |
| Крупа перловая | 0,45 |
| Пшено | 0,55 |
| Вермишель | 0,5 |
| Соль | 0,7 |
| Мясо говяжье | 0,6 |
| Треска | 0,6 |
| Горох | 0,6 |
| Крахмал | 0,4 |

## РУКОВОДСТВО ПО РАБОТЕ С ИЗМЕРИТЕЛЕМ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ УНИВЕРСАЛЬНЫМ ИМД-12 (ИЗМЕРИТЕЛЕМ ИМД-12)

### 1. Подготовка измерителя ИМД-12 к работе

Подготовка к работе и контроль за работой проводятся в соответствии с Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации на измеритель ИМД-12. Контроль работы осуществляется с помощью источников ионизирующих излучений (ИИИ), включенных в комплект измерителя ИМД-12, перед началом измерений и через каждые 2 ч работы.

### 2. Работа с измерителем ИМД-12

При работе с измерителем ИМД-12 необходимо производить операции в такой последовательности:

приготовить бета- и альфа-препараты;

измерить удельную бета- и альфа-активность препаратов, а также поверхностную бета-активность некоторых проб;

определить возраст ПЯВ.

#### Приготовление бета-препаратов

Для количественных определений бета-активности проб используют метод абсолютных измерений толстослойных препаратов с толщиной активного слоя не менее 10 мм. В измерителе ИМД-12 этот метод реализован абсорбционным способом путем измерений с использованием двух фильтров и автоматическим вычитанием фона.

Препараты приготавливаются в круглых алюминиевых чашечках диаметром 80 мм и высотой 20 мм (из комплекта установки). Чашечки нумеруются и номера их по мере приготовления препаратов записываются в регистрационные карточки. Номера могут быть нанесены на внешнем борту чашечки несмываемыми чернилами, различными карандашами и другими способами.

Перед приготовлением препаратов все пробы должны тщательно перемешиваться.

Стеклянные банки с пробами воды и другими жидкостями тщательно обтирают ветошью. В полиэтиленовую миску, дно которой покрыто калькой и фильтровальной бумагой, устанавливают чашечку. Жидкость в банке перемешивают стеклянной палочкой и, не допуская отстаивания, вливают в чашечку. Уровень жидкости должен быть ниже края бортика чашечки не менее чем на 2 мм.

Препараты из жидких проб приготавливают непосредственно перед измерением.

Пробы круп, сушеных овощей, соли, сахара, сухарей, макаронных изделий, гороха, овса и других зернистых веществ, находящихся в банках или полиэтиленовых мешках, перемешивают деревянным шпателем или встряхиванием. Пинцетом или шпателем отбирают 70—80 г пробы и насыпают в ступку. Ступку с пробой

помещают в футляр для растирания проб и пробу тщательно измельчают до размера частиц не более 1 мм.

Измельченной пробой наполняют чашечку. Пробу в чашечке уплотняют и поверхностный слой выравнивают с помощью утрамбовывателя проб через кальку размером 100×100 мм (при отсутствии утрамбовывателя можно использовать для этих целей чистую чашечку).

Толщина приготавливаемого препарата должна быть 15—18 мм.

Пробы из муки, томата-пасты, сметаны, горчицы и других мелкоизмельченных и густоконсистентных веществ перемешивают в своей таре, после чего из них готовят препараты. Чашечки наполняют исследуемыми веществами до толщины 18 мм, не более. Производят выравнивание шпателем поверхности препарата, приготовленного из густоконсистентных проб. Мелкоизмельченные вещества в чашечке уплотняют.

Пробы из хлеба, свежих овощей, твердых жиров и т. п. извлекают пинцетом из банок или полиэтиленовых мешков и помещают на разделочную доску, покрытую листом кальки. С помощью высекателя и ножа из пробы вырезают препарат цилиндрической формы диаметром 78 мм и высотой 15—18 мм. Готовые препараты укладывают в алюминиевые чашечки.

Пробы из капусты (свежей или квашеной), зелени, фуража (сочные корма, силос, сено, солома) и т. п. извлекают из упаковки пинцетом и укладывают на разделочную доску, покрытую калькой. Ножницами или ножом (скальпелем) пробу тщательно измельчают и с помощью шпателя или пинцета ею наполняют чашечку. Уплотнение пробы и выравнивание поверхности препарата производят утрамбовывателем через листок кальки до слоя толщиной 15—18 мм.

### Приготовление альфа-препаратов

Для приготовления альфа-препаратов используют алюминиевые чашечки из комплекта установки диаметром 80 мм и высотой бортика 3 мм. Толщина слоя приготовленного альфа-препарата должна быть 0,7—1 мм. Чашечки нумеруют (номера пишут на тыльной стороне дна чашечки) и номера заносят в регистрационную карточку.

Пробы из круп, сушеных овощей, соли, сухарей, макаронных изделий и других зернистых веществ перемешивают. Берут 4—4,5 г пробы и помещают в ступку. Ступку с пробой помещают в футляр для растирания проб и пробу очень тщательно растирают (размеры частиц менее 0,1 мм — пылеобразное состояние). Чашечку наполняют измельченной пробой. Пробу в чашечке уплотняют и поверхностный слой выравнивают утрамбовывателем проб через кальку размером 100×100 мм. Толщина препарата должна быть 0,7—1 мм (поверхностный слой ниже края бортика чашечки на 1,5 мм). Остаток пробы удаляют из ступки.

Препараты из жидких проб приготавливают путем взятия

мерной пипеткой 4 мл и переливания их в чашечку. Уровень жидкости в чашечке должен быть ниже края ее бортика на 1,5 мм.

Из других проб альфа-препараты готовят аналогично бета-препаратам. Необходимо только более тщательное измельчение овощей, фуража и толщина препарата должна быть не более 1 мм.

## Измерение удельной бета- и альфа-активности препаратов

Измерение удельной бета-активности, а также и альфа-активности всех приготовленных препаратов производят на измерителе ИМД-12 с блоком детектирования ИМД-12-5. Подготовку к работе и проверку работоспособности осуществляют в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации на измеритель ИМД-12.

Значения минимальной и максимальной активности препаратов, достоверно измеряемые (с основной погрешностью) с помощью установки, определяют техническими возможностями прибора и фоном, указанным в техническом описании.

Длительность измерения активности препарата зависит от значения фона, скорости счета импульсов от препарата и необходимой точности измерения скорости счета импульсов.

В табл. 1 и 2 приведена рекомендуемая продолжительность измерений препаратов, обеспечивающая заданную статистическую погрешность регистрации скорости счета (δ).

Таблица 1

**Продолжительность измерений скорости счета от препаратов ($N_{пр}$), с, в зависимости от скорости счета фона ($N_{фон}$) при $\delta = \pm 5\%$**

| $N_{пр}$, имп/с | $N_{фон}$, имп/с | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 2,5 | 7 | 20 | 70 | 90 | 240 | 730 | 910 | 970 | 7300 | 9100 |
| 10 | 100 | 1000 | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 100 | 10 | 10 | 10 | 100 | 1000 | — | — | — | — | — | — |
| 1000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 10 | 100 | 1000 | — | — |
| 10 000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 10 |

Таблица 2

**Продолжительность измерений скорости счета от препаратов ($N_{пр}$), с, в зависимости от скорости счета фона ($N_{фон}$) при $\delta = \pm 10\%$**

| $N_{пр}$, имп/с | $N_{фон}$, имп/с | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0,1 | 0,5 | 6,0 | 8,5 | 60 | 85 | 95 | 580 | 860 | 960 | 985 | 8600 | 9560 |
| 10 | 10 | 100 | 100 | 1000 | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 100 | 1 | 1 | 10 | 10 | 10 | 100 | 1000 | — | — | — | — | — | — |
| 1000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 10 | 100 | 1000 | — | — |
| 10 000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |

## Измерение удельной бета-активности препаратов

Для измерения фона ($N_{фон}$) необходимо:

установить переключатель на блоке детектирования ИМД-12-5 (свинцовый домик) в положение «β» (режим бета);

на блоке детектирования установить фильтр № 1 в нерабочее положение (ручка фильтра в крайнем правом положении), а фильтр № 2 — в рабочее положение (ручка фильтра поворачивается против хода часовой стрелки в крайнее правое положение);

открыть дверцу блока детектирования, выдвинуть подставку для чашечки (кассету) и поместить чистую чашечку в углубление кассеты, задвинуть кассету с чашечкой в измерительный объем блока детектирования и закрыть дверцу;

установить фильтр № 2 в нерабочее положение, повернув ручку по ходу часовой стрелки в крайнее левое положение;

кнопкой ВРЕМЯ ИЗМ. установить время измерения $t=100$ с;

нажать кнопку НАЧ. ИЗМ., загорится светодиод около надписи СЧЕТ и через 100 с снять показания, высвечиваемые на табло в течение 4 с, для повторного снятия показаний необходимо нажать кнопку ИНД.

Значение фона ($N_{фон}$) записать в рабочий журнал. Измерения фона следует проводить через каждые 2 ч.

Для измерения удельной бета-активности препарата необходимо:

установить фильтр № 2 в рабочее положение, открыть дверцу блока детектирования, выдвинуть кассету и вынуть чистую чашечку;

аккуратно поместить чашечку с препаратом в углубление кассеты, задвинуть кассету в измерительный объем и закрыть дверцу;

установить фильтр № 2 в нерабочее положение (фильтр № 1 в нерабочее положение установлен ранее), с помощью кнопки ВРЕМЯ ИЗМ. установить время измерения $t=1$ с;

нажать кнопку НАЧ. ИЗМ., загорится светодиод СЧЕТ и через 1 с погаснет, на световом табло высветится показание, число зарегистрированных импульсов за 1 с должно быть не менее 1000; если меньше, то необходимо увеличить соответственно с учетом фона (данных табл. 1 и 2) время измерения, установив с помощью кнопки ВРЕМЯ ИЗМ. 10, 100 или 1000 с;

установить фильтр № 1 в рабочее положение, а фильтр № 2 оставить в нерабочем положении;

нажать кнопку НАЧ. ИЗМ., загорится светодиод СЧЕТ, когда погаснет через установленное время светодиод СЧЕТ, возвратить фильтр № 1 в нерабочее положение, а фильтр № 2 установить в рабочее положение, при этом загорится светодиод на табло около надписи «Кюри/кг», а светодиод у надписи «Имп/с» погаснет;

нажать кнопку НАЧ. ИЗМ., загорится светодиод СЧЕТ, через установленное время гаснет светодиод СЧЕТ и высвечиваются цифры на табло, которые следует умножить на коэффициент $10^{-6}$,

получится значение удельной бета-активности. Это значение следует записать в регистрационную карточку;

открыть дверцу, выдвинуть кассету и аккуратно вынуть чашечку с пробой. На ее место ставят следующий препарат и производят операции для измерения удельной бета-активности.

**Пример 1.** Перед измерениями определили фон $N_{фон}=3{,}5$ имп/с. От препарата скорость счета без фильтров за 1 с 108 имп/с. Значение 108 меньше 1000, тогда нужно с фильтрами измерять 10 с. Согласно табл. 1 для $\delta=\pm 5\%$ при таких $N_{пр}$ и $N_{фон}$ также нужно измерять 10 с. Следовательно, устанавливаем для последующих измерений с фильтрами 10 с.

**Пример 2.** $N_{фон}=22{,}5$ имп/с, а $N_{пр}=100$ имп/с при измерении без фильтров за 1 с. Следовательно, необходимо последующие измерения с фильтрами проводить за 10 с. Однако при таком соотношении $N_{пр}$ и $N_{фон}$ согласно табл. 1 необходимо время измерения 100 с. Тогда устанавливают время 100 с для последующих измерений.

**Пример 3.** $N_{фон}=612$ имп/с, а $N_{пр}=1000$ имп/с при измерении без фильтров за 1 с. Однако для такого фона согласно табл. 1 необходимо измерять 10 с. Тогда для последующих измерений с фильтрами устанавливают время измерения 10 с, а не 1 с.

## Измерение удельной альфа-активности

Измерение удельной альфа-активности проб производят в отсутствие фильтра № 1, т. е. ручка фильтра всегда находится в крайнем правом положении (в нерабочем состоянии). Для измерения необходимо:

на блоке детектирования установить переключатель в положение «α» — режим альфа;

в течение 100 с измерить фон аналогично описанному. Значение $N_{фон}$ записать в рабочий журнал. Измерения фона следует проводить через каждые 2 ч;

установить альфа-препарат и определить число импульсов от препарата ($N_{пр}$) за 1 с без фильтров. Это число должно быть не менее 1000; если меньше, то необходимо увеличить время измерения соответственно, но с учетом фона (данных табл. 1 и 2) по соотношению $N_{пр}$ и $N_{фон}$;

произвести измерение опять же без фильтров за установленное время измерения. Ввести фильтр № 2 (в рабочее положение — ручка фильтра устанавливается в крайнее правое положение), загорится светодиод на табло около надписи «Кюри/кг», а светодиод «Имп/с» гаснет;

нажать кнопку НАЧ. ИЗМ. и через установленное время снять показания на табло, умножить на коэффициент $10^{-6}$ и записать значение альфа-активности в регистрационную карточку.

## Определение возраста ПЯВ

При отсутствии данных о возрасте ПЯВ необходимо определить его экспериментально.

Для определения возраста необходимо из проб, поступивших на анализ, приготовить тонкослойный препарат в чашечках диа-

метром 80 мм и высотой 20 мм (что для приготовления бета-препаратов) путем нанесения на дно чашечки слоя продукта толщиной не более 1 мм. Для этого берут 5 г измельченного продукта, а жидкого — 5 мл.

Определение возраста ПЯВ производится путем двукратного определения коэффициента $K_в$ по результатам измерения скоростей счета от тонкослойного препарата без фильтра ($N_{пр}$) и с алюминиевым фильтром ($N_{фто}$) толщиной 1 мм (260 мг/см$^2$):

$$K_в = \frac{N_{пр}}{N_{фто}},$$

где $N_{пр}$, $N_{фто}$ — скорости счета в имп/с от препарата без фильтра и с фильтром за вычетом фона.

Вторичное измерение этих скоростей счета производится через интервал времени не менее 6 ч. Измерения производятся без применения фильтров № 1 и 2. Они должны быть в нерабочем положении, т. е. ручка фильтра № 1 — в крайнем правом положении, ручка фильтра № 2 — в крайнем левом положении.

Алюминиевый фильтр толщиной 1 мм устанавливают сверху на чашечку с пробой. Определение скоростей счета импульсов от тонкослойного препарата производят со статистической погрешностью измерений не более ±3%. Продолжительность измерений препарата приведена в табл. 3.

Таблица 3

**Продолжительность измерений скорости счета от тонкослойного препарата, с**

| $N_{пр}$, имп/с | $N_{фон}$, имп/с | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0,05 | 0,1 | 5,5 | 10 | 55 | 85 | 550 | 855 | 950 | 5500 | 8550 |
| 10 | 100 | 100 | 1000 | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 100 | 10 | 100 | 100 | 100 | 100 | 1000 | — | — | — | — | 2 |
| 1000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 10 | 10 | 10 | 100 | 1000 | — | — |
| 10 000 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 10 |

Если $K^1_в \geqslant 10$ и $K^2_в > K^1_в$ на 6% и более, возраст ПЯВ составляет до 30 сут. Если $K^1_в < 10$ и $K^2_в \leqslant K^1_в$ на 6% и более, возраст ПЯВ составляет свыше 30 сут.

**Пример.** На радиометрическнй анализ поступила проба. Из этой пробы готовят толстослойный бета-препарат и тонкослойный для определения «возраста» ПЯВ. Скорость счета от этого препарата (число импульсов за 1 с без фильтров блока детектирования) 137 имп/с, а фон — 0,4 имп/с. Согласно табл. 3 измерения проводят в течение 100 с. Получены в результате измерений

$N^1_{пр}=138{,}35$ нмп/с, $N^1_{фто}=7{,}43$ нмп/с (с фильтром толщиной 260 мг/см², помещенным сверху на чашечке препарата).

Тогда $N^1_{пр}=138{,}35-0{,}4=137{,}95$ нмп/с;

$N^1_{фто}=7{,}43-0{,}4=7{,}03$ нмп/с;

$$K^1_в=\frac{N^1_{пр}}{N_{фто}}=\frac{137{,}95}{7{,}03}\approx 20.$$

При повторном измерении через 6 ч скорости счета за вычетом фона оказались равными $N^1_{пр}=120{,}22$ нмп/с;

$$N^2_{фто}=5{,}47 \text{ имп/с};$$

$$K^2_в=\frac{120{,}22}{5{,}47}\approx 22.$$

Коэффициент $K^2_в$ увеличился относительно $K^1_в$ на 10%, следовательно, возраст ПЯВ в исследуемой пробе составляет до 30 сут.

Полученный результат записывают в регистрационную карточку.

## Методические пояснения по приготовлению препаратов и измерений на измерителе ИМД-12

В случае заражения пробы на уровне норм для повышения достоверности результатов измерений желательно готовить для измерений из пробы два препарата и измерять по 3 раза каждый.

Следует также отметить, что разница в толщине бета-препарата в пределах 15—18 мм приводит к появлению дополнительной относительной погрешности в измерении бета-активности до ±(20—30)% к основной, т. е. измеренные значения удельных бета-активностей двух препаратов толщиной один 15 мм, другой 18 мм, изготовленных из одной пробы, будут отличаться друг от друга на 20—30%.

Следовательно, при приготовлении толстослойных препаратов необходимо стремиться их делать по толщине одинаковыми (18 мм— на 2 мм ниже края чашечки).

Для оценки альфа-зараженности продуктов питания, воды и особенно молока, предназначенных для употребления детьми в течение 30 сут и более, с активностью проб менее $10^{-6}$ Ки/кг с учетом ОБЭ альфа-излучения, равным 20, следует применять концентрирование (озоление и выпаривание).

В этом случае приготовление препаратов из проб хлеба, круп, муки, мяса, рыбы, макаронных изделий и других озоляющихся пищевых продуктов производят после их сжигания в муфельной печи до золы. Процесс озоления продолжают до тех пор, пока остаток в фарфоровой ступке не будет иметь серый или белый цвет. После охлаждения золу в ступке перемешивают и, если необходимо (спекание), растирают, переносят на кальку и взвешивают. Взятое количество пробы и массу золы записывают дополнительно в регистрационную карточку внизу на свободном месте.

Полученную золу аккуратно переносят в чашечку, уплотняют в ней до толщины препарата 0,7 — 1 мм.

Для озоления берут: хлеб, муку, крупы и другие зернистые вещества примерно 60 г, сухари — 40 г; мясо, рыбу, овощи — 80 г; фураж — 20 г.

Препараты из проб воды, молока и других жидкостей приготавливают в такой последовательности.

В фарфоровую ступку помещают до 2 г мелкозернистого березового активированного угля БАУ и смачивают этиловым спиртом. Вносят градуированной пипеткой 4 мл воды, молока или другой жидкости и из ступки с пробой выпаривают жидкость. По мере испарения в ступку добавляют новые порции жидкости по 4 мл каждый раз. Общее количество испаряемой жидкости доводят от 20 до 80 мл.

После испарения всей жидкости уголь в ступке измельчают, взвешивают и из общего количества угля отбирают часть и переносят в чашечку, утрамбовывая и разравнивая до толщины не более 1 мм (поверхностный слой ниже края бортика чашечки не менее чем на 1,5 мм).

Массу угля в ступке и объем жидкости, взятых для выпаривания, записывают дополнительно в регистрационную карточку внизу на свободном месте.

При измерении таких альфа-препаратов, приготовленных методами концентрирования, необходимо измеренное значение (показание на табло, умноженное на $10^{-6}$) разделить на коэффициент концентрации ($K_к$), равный отношению массы взятого для озоления продукта к массе золы, а для жидких проб — отношение объема жидкости к массе угля в ступке.

Для измерения гамма-фона в месте расположения установки используют блоки детектирования ИМД-12-2 и ИМД-12-3.

Для обнаружения и оценки поверхностной бета-зараженности некоторых видов проб используют блок детектирования ИМД-12-4.

Так, пробы хлеба, мяса, рыбы, свежих овощей, твердых жиров и т. п. предварительно проверяют на наличие поверхностного заражения в такой последовательности.

Подключают к измерительному пульту блок детектирования ИМД-12-4. С помощью кнопки ВРЕМЯ ИЗМ. устанавливают время измерения 1 с. Подносят ИМД-12-4 к поверхности пробы таким образом, чтобы три штыря на торце блока детектирования установились на измеряемой поверхности. Нажимают кнопку НАЧ. ИЗМ. и через 1 с снимают показания на табло. Число регистрированных импульсов должно быть не менее 1000; если меньше, то устанавливают время измерения соответственно 10, 100 или 1000 с и производят измерения, нажав кнопку НАЧ. ИЗМ. При этом на табло горит светодиод около надписи на табло «Имп/с».

Устанавливают на блок детектирования фильтр, входящий в комплект прибора. Загорается светодиод около надписи на табло «β-част./см$^2$·мин». Подносят блок детектирования к поверхности

на прежнее место и устанавливают на три штыря. Нажимают кнопку НАЧ. ИЗМ. и через установленное время (время то же, что и при измерении без фильтра) снимают показания в β-част./см$^2$·мин и умножают на коэффициент $10^3$.

Срезают верхнюю часть пробы толщиной 2—5 мм и повторяют аналогичные измерения блоком детектирования ИМД-12-4. При наличии повторных показаний заражения поверхности (проба, вероятно, заражена и по объему) из этой пробы готовят толстослойные препараты и измеряют их удельную бета-активность с помощью блока детектирования ИМД-12-5.

Все результаты измерений записывают в регистрационную карточку данной пробы.

### 3. Дезактивация приборов и приспособлений

По окончании работы необходимо продезактивировать приборы, рабочую посуду, инструмент и использованные для препаратов чашечки до предельно допустимых значений.

Нож, ножницы, пинцеты дезактивируют протиранием их ветошью, смоченной 0,3% раствором СФ-2У или 3% раствором лимонной кислоты.

Дезактивация лабораторной посуды (банок) из-под проб, ступок, пестиков и т. д. производят в такой последовательности:

из посуды удаляют остатки проб с помощью палочки и ветоши; для более полного механического удаления остатков проб с поверхности ступок и пестиков применяют способ растирания в них чистого грунта;

посуду тщательно моют в 0,3% растворе порошка СФ-2У или в 3—5% растворе лимонной кислоты (при возможности кипятят в этом растворе в течение 5—10 мин или выдерживают в течение 10—15 мин в 50% растворе азотной кислоты);

посуду тщательно обмывают водой и насухо вытирают чистой ветошью.

Блок детектирования ИМД-12-5 дезактивируют при заражении его внутренних поверхностей (об этом можно судить по резкому возрастанию фона).

Наиболее вероятным является заражение кассеты при измерении небрежно приготовленных препаратов или при небрежном обращении с ними в момент их установления в кассету. Дезактивацию кассеты производят путем тщательного протирания ее поверхностей сначала сухой чистой ветошью, затем влажной, смоченной 3% раствором лимонной кислоты, и снова чистой сухой ветошью. В случае заражения внутреннего объема блока детектирования следует разобрать его согласно техническому описанию и инструкции по эксплуатации измерителя ИМД-12 и провести дезактивацию внутренних поверхностей.

Алюминиевые чашечки после измерения активности препаратов опорожняют и по окончании работ дезактивируют следующим образом:

очищают деревянными шпателями или щетками;

многократно протирают 0,3% раствором порошка СФ-2У или 3% раствором лимонной кислоты и вытирают насухо чистой ватой или ветошью;

если позволяют условия, выдерживают в течение 2—5 мин в кипящем 3% растворе лимонной кислоты, тщательно промывают водой и высушивают;

после этого проверяют их на зараженность бета-активными веществами блоком детектирования ИМД-12-4 — остаточная зараженность должна быть на уровне фона. В противном случае необходимо повторить дезактивацию. После этого чашечки можно использовать в последующих измерениях.

## РЕГИСТРАЦИОННАЯ КАРТОЧКА № _____

Время приема пробы _____
(дата, час)

Номер пробы _____

Вид пробы _____

Время и место заражения _____
(дата, час, войсковая часть)

Зарегистрировано в журнале за № _____

Толстослойный препарат № _____
(номер чашечки)

Тонкослойный препарат № _____
(номер чашечки)

Время измерений _____
(дата, час)

Результаты измерений
Толстослойный препарат

Удельная бета-активность _____ $10^{-6}\frac{\text{Ки}}{\text{кг}}$

Удельная альфа-активность _____ $10^{-6}\frac{\text{Ки}}{\text{кг}}$

Поверхностное бета-заражение пробы _____ $10^{3}\frac{\beta\text{-част.}}{\text{см}^2\cdot\text{мин}}$

Тонкослойный препарат $\left(\frac{\text{в начале измерения}}{\text{через 6 ч и более}}\right)$

Вид измерения — имп/с

| | |
|---|---|
| | Фон $N_{фон}$ _____ |
| Без фильтра | Препарат с фоном $N_{пр}$ _____ |
| | Препарат без фона $N_{пр}$ _____ |
| С фильтром | Препарат с фоном $N_{фт}$ _____ |
| 260 мг/см$^2$ | Препарат без фона $N_{фто}$ _____ |

Расчет «возраста»

$K_в^1$ _____, $K_в^2$ _____ (по результатам измерений через 6 ч и более).

«Возраст» ПЯВ _____ сут.

Заключение _____

## ОГЛАВЛЕНИЕ


Стр.

Глава 1. **Назначение и задачи автомобильной радиометрической и химической лаборатории АЛ-4М** . . . . . 3

Глава 2. **Правила отбора проб** . . . . . 5

Отбор проб грунта, растительности, снега . . . . . 6
Отбор проб с поверхности вооружения, военной техники и медицинского имущества . . . . . 7
Отбор проб из оболочек . . . . . —
Отбор проб воды . . . . . —
Отбор проб пищевых продуктов и фуража . . . . . 8
Отбор проб медикаментов и перевязочного материала . . . . 9

Глава 3. **Предварительное обследование проб** . . . . . 10

Глава 4. **Определение радиоактивной зараженности проб пищевых продуктов, фуража и воды** . . . . . 14

Глава 5. **Подготовка проб к химическому анализу** . . . . . 15

Извлечение отравляющих веществ и ядов из пробы при качественном определении . . . . . 17
Извлечение отравляющих веществ и ядов из пробы при количественном определении . . . . . 19

Глава 6. **Определение отравляющих веществ и ядов в растворах** . . 22

Качественное определение и идентификация отравляющих веществ и ядов . . . . . —
Групповые реакции определения отравляющих веществ . . . . 23
Реакции идентификации отравляющих веществ . . . . . 31
Определение отравляющих веществ в растворах с помощью индикаторных трубок . . . . . 38
Определение ядовитых веществ . . . . . 39
Количественное определение отравляющих веществ . . . . . 42
Анализ воды . . . . . —
Анализ пищевых продуктов и фуража . . . . . 46

Глава 7. **Физико-химическое обследование проб отравляющих веществ** 51

Очистка отравляющих веществ перегонкой . . . . . —
Очистка отравляющих веществ перекристаллизацией . . . . 53
Определение физических свойств отравляющих веществ . . . . 54
Качественный элементный анализ . . . . . 59

Глава 8. **Определение полноты дегазации обмундирования, контроль остаточной зараженности вооружения, военной техники и предметов медицинского имущества** . . . . . 67

Контроль полноты дегазации обмундирования . . . . . —
Контроль остаточной зараженности вооружения, военной техники и предметов медицинского имущества . . . . . 68

Стр.

Глава 9. **Исследования трофейных дезактивирующих, дегазирующих, дымообразующих, зажигательных веществ и огнесмесей** . . . . . 70

Дезактивирующие вещества и растворы . . . . . 71
Дегазирующие вещества и растворы . . . . . —
Дымообразующие вещества и растворы . . . . . 75
Зажигательные вещества и огнесмеси . . . . . 78

Глава 10. **Контроль пригодности табельных дегазирующих, дезинфицирующих, дымообразующих и зажигательных веществ и огнесмесей** . . 80

Дегазирующие вещества . . . . . —
Дезинфицирующие вещества . . . . . 86
Дымообразующие вещества . . . . . 89
Зажигательные вещества и огнесмеси . . . . . 93

Глава 11. **Требования безопасности при проведении работ в автолаборатории АЛ-4М** . . . . . 96

Требования безопасности при проведении работ с радиоактивными веществами . . . . . —
Требования безопасности при проведении работ с отравляющими веществами и ядами . . . . . 97
Правила пожарной безопасности . . . . . 98

Глава 12. **Приготовление индикаторных бумажек, ваты, растворов** . . 101

Приготовление индикаторных бумажек . . . . . —
Приготовление реактивов . . . . . —

Приложения:

1. Основные физико-химические характеристики отравляющих веществ, ядов и фитотоксикантов . . . . . 110
2. Токсические свойства отравляющих веществ . . . . . 116
3. Формализованные документы . . . . . 119
4. Порядок определения отравляющих веществ с помощью индикаторных трубок . . . . . 122
5. Изменение окраски индикаторных бумажек от воздействия отравляющих веществ в капельно-жидком состоянии . . . . . 128
6. Варианты ситуаций, возникающие при проведении групповых реакций индикации, и их оценка . . . . . 129
7. Перечень растворов (реактивов), которые могут быть приготовлены заранее . . . . . 130
8. Значения поправочных коэффициентов, учитывающих степень извлечения отравляющих веществ растворителем из пищевых продуктов . . . . . 131
9. Руководство по работе с измерителем ионизирующих излучений универсальным ИМД-12 (измерителем ИМД-12) . . . . . 132
10. Регистрационная карточка . . . . . 142

РУКОВОДСТВО ПО РАБОТЕ В АВТОМОБИЛЬНОЙ РАДИОМЕТРИЧЕСКОЙ И ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ АЛ-4М

Редактор *А. П. Волков*
Технический редактор *Н. С. Шуршалова*
Корректор *А. И. Беляева*

Сдано в набор 19.08.87. Подписано в печать 14.12.87. Г-12299.
Формат 60×90/16. Печ. л. 9. Усл. печ. л. 9. Усл. кр.-отт. 9,13. Уч.-изд. л. 9,32.
Изд. № 5/1657 *Бесплатно* Зак. 5982